



# Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium

Serge Guetta

## ► To cite this version:

Serge Guetta. Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium. Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2010. Français. NNT : 2010ENMP0074 . pastel-00657045

**HAL Id: pastel-00657045**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00657045>**

Submitted on 5 Jan 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## **Doctorat ParisTech**

# **T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**

**Spécialité “ Sciences et génie de matériaux ”**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Serge GUETTA**

le 2 février 2010

## **Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium**

Directeur de thèse : **Michel JEANDIN**

### **Jury**

**M. Patrice PEYRE**, Chargé de recherche CNRS - HDR, GERALP/LALP, Arts et Métiers ParisTech  
**M. Michel VARDELLE**, Professeur, SPCTS, Université de Limoges  
**M. Michel BOUSTIE**, Directeur de recherche CNRS, LCD, ENSMA  
**Mme. Sophie COSTIL**, Maître de conférences, LERMPS, UTBM  
**M. Roland GERARD**, Ingénieur, ADEME  
**M. Michel JEANDIN**, Directeur de recherche CNRS, CDM, Mines ParisTech  
**Mme. Marie-Hélène BERGER**, Chargé de recherche CNRS, CDM, Mines ParisTech  
**M. Vincent GUIPONT**, Chargé de recherche CNRS, CDM, Mines ParisTech

Rapporteur  
Rapporteur  
Président  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Membre invité  
Membre invité

**T  
H  
È  
S  
E**





一期一会

"Ichigo Ichie"

"Une seule rencontre vaut toute une vie"



## Remerciements

Ce mémoire de thèse est le fruit de trois années et trois mois de recherche au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris (Evry), dans le groupe C2P (Centre de Compétence en Procédés de Projection). Ce travail n'aurait pu aboutir ou même voir le jour sans de formidables rencontres, l'optimisme de mon Directeur de thèse, de nombreuses collaborations, ou encore le soutien de mon entourage. Je tiens donc à remercier l'ensemble des personnes qui m'ont aidé dans cette traversée.

---

Réaliser un travail de thèse c'est un peu comme construire un bateau avec des idées originales et naviguer sur des mers inconnues.

Je voudrais tout d'abord adresser mes remerciements à Monsieur Esteban BUSSO, Directeur du Centre des Matériaux, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et avoir mis à mon entière disposition son chantier naval.

Par chance, durant ma traversée, j'ai eu la sécurité d'avoir toujours la lumière d'un phare pour m'orienter. Ce phare, c'est mon Directeur de thèse. Je voudrais donc exprimer ma profonde gratitude à Michel JEANDIN pour m'avoir témoigné durant ces trois années une totale confiance. Merci pour sa présence, sa patience infinie, son écoute, sa grande sagesse, sa franchise et sa disponibilité. Merci encore pour m'avoir offert la chance de présenter mon travail et de réaliser des expériences par-delà nos frontières, jusqu'à ce merveilleux pays qu'est celui du Soleil Levant. Merci enfin à Michel JEANDIN pour m'avoir accordé son amitié.

Je tiens ensuite à adresser mes sincères remerciements à Michel BOUSTIE (LCD/ENSMA), entremetteur et « boussole » pour cette thèse, pour ses idées originales, ses conseils avisés, sa grande écoute, sa joie de vivre et son enthousiasme qui illuminent ceux qui ont la chance de travailler à ses côtés. Avec Michel JEANDIN et Sophie BARRADAS, dont les travaux de thèse ont constitué un solide point de départ pour mes recherches, ils ont su trouver la matière première nécessaire à la construction de mon bateau. Sans leur optimisme indéfectible, son lancement n'aurait été possible. Merci également à Michel BOUSTIE pour son amitié.

Je souhaite également remercier Marie-Hélène BERGER, Vincent GUIPONT, Nicole DE DAVE-FABREGUE et François BORIT (CDM, ENSMP), tous Experts en charpenterie et

étanchéité : mon bateau a flotté sur la distance grâce à eux. Au-delà de leurs qualités techniques, leur implication dans ce projet, leur patience et leur rigueur scientifique ont été un enseignement de taille et m'ont évité maintes fois de prendre quelques raccourcis dangereux. Merci également aux autres Membres du CDM qui se sont impliqués dans ce projet.

J'adresse enfin mes sincères remerciements aux équipes du LCD (ENSMA), du PIMM/LALP (ENSAM) et du FRI (Université de Tohoku, Japon), et plus particulièrement à Thibaut DE RESSEGUIER, Laurent BERTHE, Yuji ICHIKAWA et au Professeur OGAWA pour leur accueil chaleureux, leur confiance et leur collaboration. Je suis arrivé à bon port et ils sont la preuve que pour bien réussir une traversée il faut un travail d'équipe.

---

Je souhaite à présent remercier Messieurs Patrice PEYRE (PIMM/LALP, ENSAM) et Michel VARDELLE (SPCTS, Université de Limoges) d'avoir accepté de rapporter ce travail. Merci également à Mesdames Sophie COSTIL (LERMPS, UTBM) et Marie-Hélène BERGER (CDM, ENSMP) ainsi qu'à Messieurs Michel BOUSTIE (LCD, ENSMA), Roland GERARD (ADEME) et Vincent GUIPONT (CDM, ENSMP) d'avoir accepté de l'examiner.

Je tiens ensuite à remercier Monsieur Roger PINEAU (CDM, ENSMP) qui a su montrer, durant ces trois années, un grand intérêt pour mes recherches. Ses encouragements et son soutien m'ont grandement aidé dans les moments difficiles.

J'adresse enfin un grand merci à l'ensemble de mes collègues de l'Ecole des Mines et de l'ENSMA. Ces agréables moments partagés ont rendu les moments difficiles de cette traversée bien plus légers.

---

Enfin, sur un plan plus personnel, je souhaite que ma Femme et mes Parents, ma Famille, mes amis et ceux qui m'ont soutenu tout au long de ce voyage reçoivent mes remerciements les plus sincères.

## Nomenclature des grandeurs physiques

Sauf mention contraire dans le texte, les unités données dans cette nomenclature sont celles utilisées dans ce mémoire.

$\varphi$ , densité de puissance ( $\text{GW.cm}^{-2}$ )  
 $E$ , énergie (J) / module d'Young (MPa)  
 $\tau$ , durée d'impulsion (s)  
 $S$ , surface ( $\text{m}^2$ )  
 $P$ , pression (MPa)  
 $\rho$ , masse volumique ( $\text{kg.m}^{-3}$ )  
 $t$ , temps (s)  
 $x$ , position (m)  
 $D$ , célérité d'une onde de choc ( $\text{m.s}^{-1}$ )  
 $u$ , vitesse matérielle de la matière ( $\text{m.s}^{-1}$ )  
 $v$ , volume ( $\text{m}^3$ )  
 $C$ , célérité du son dans un matériau ( $\text{m.s}^{-1}$ )  
 $\sigma$ ,  $S_{xx}$ , contrainte (MPa)  
 $\nu$ , coefficient de Poisson  
 $\varepsilon$ , déformation  
 $\Phi$ , diamètre ( $\mu\text{m}$  ou  $\text{cm}$ )  
 $R$ , rayon ( $\mu\text{m}$  ou  $\text{cm}$ )  
 $m$ , masse (kg)  
 $C_p$ , chaleur spécifique ( $\text{J.}^\circ\text{C}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ )  
 $T$ , température ( $^\circ\text{C}$ )  
 $h$ , coefficient d'échange convectif ( $\text{W.m}^2.^\circ\text{C}^{-1}$ )  
 $D_{\text{diff}}$ , coefficient de diffusion de matière ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )  
 $D_{\text{th}}$ , diffusivité thermique ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )  
 $Z$ , impédance acoustique des matériaux ( $\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ )  
 $Y$ , limite d'élasticité en traction simple dynamique (MPa)

Q, énergie d'activation ( $\text{J.mol}^{-1}$ )  
 $\eta$ , viscosité ( $\text{Pa.s}$ )  
 $\delta$ , épaisseur de diffusion (m)  
H, nanodureté (MPa)  
L, longueur (m)  
q, flux de chaleur ( $\text{W.m}^{-2}$ )  
 $\lambda$ , conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}\text{°C}^{-1}$ )  
 $E_p$ , épaisseur (m)  
V, vitesse des particules ( $\text{m.s}^{-1}$ )  
 $B_i$ , nombre de Biot

## Glossaire

Dans la suite du mémoire, les termes référencés dans ce glossaire sont indiqués par un astérisque (« \* »).

EDX : « Energy Dispersive X-ray », système d'analyse utilisé en Microscopie Electronique par Transmission. Il permet de réaliser de profils X et mesurer ainsi la concentration massique des éléments de la zone analysée.

EFTEM : « Energy-Filtered Transmission Electron Microscopy », méthode d'analyse utilisée en Microscopie Electronique par Transmission. Reposant sur la spectroscopie par perte d'énergie, elle permet d'établir des cartographies de la composition chimique de la zone observée

FIB : « Focused Ion Beam », Microscope Electronique à Balayage équipé d'un faisceau d'ions lourds focalisé, utilisé pour la découpe par abrasion ionique et la préparation de lames minces (environ 100nm d'épaisseur).

LASAT : « LAsEr Shock Adhesion Test », essai d'adhérence par choc laser utilisé pour la caractérisation mécanique de matériaux monolithiques et d'interfaces entre différents matériaux.

MEB : Microscopie Electronique à Balayage, technique utilisée pour l'étude et la caractérisation des surfaces et des interfaces.

MET : Microscopie Electronique par Transmission, technique utilisée pour l'étude et la caractérisation des surfaces et des interfaces, à une échelle bien plus fine que la Microscopie Electronique à Balayage.

Splat : Particule de poudre entrée en collision avec la surface du substrat sur lequel elle a été projetée, sans interaction ni contact avec les autres particules élémentaires ou « splats ».

STEM : « Scanning Transmission Electron Microscopy », mode d'observation par balayage en microscopie électronique par transmission.

VISAR : « Velocimetry Interferometer System for Any Reflector », dispositif de mesure de vitesse par interférométrie laser généralement utilisé pour caractériser les intensités de choc et détecter l'endommagement dans les matériaux éprouvés par l'essai LASAT\*





# Table des matières

<b>NOMENCLATURE.....</b>	<b>1</b>
<b>GLOSSAIRE.....</b>	<b>3</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE 1 : Eléments bibliographiques.....</b>	<b>17</b>
<b>1. NOTION D'ADHERENCE.....</b>	<b>20</b>
1.1. Adhésion.....	20
1.2. Adhérence.....	20
1.3. Mesures.....	21
1.3.1. Adhérence des revêtements.....	21
1.3.2. Adhérence des particules.....	21
<b>2. ESSAIS D'ADHERENCE PAR CHOC LASER.....</b>	<b>22</b>
2.1. Interaction laser / matière.....	22
2.1.1. Principe du choc laser.....	23
2.1.2. Modes libres et confinés.....	24
2.1.2.1. Mode libre ou « régime direct » .....	24
2.1.2.2. Mode confiné.....	24
2.2. Propagation unidimensionnelle des ondes de choc.....	25
2.2.1. Propagation dans un matériau au comportement de fluide parfait.....	25
2.2.1.1. Définition.....	25
2.2.1.2. Equations de conservation.....	25
2.2.1.3. Représentations graphiques et résolution des équations.....	27
2.2.1.4. Amortissement hydrodynamique.....	28
2.2.2. Propagation dans un matériau au comportement élasto-plastique.....	29
2.2.2.1. Définition.....	29
2.2.2.2. Equations de conservation.....	29
2.2.2.3. Représentations graphiques et résolution des équations.....	30
2.2.2.4. Amortissement élasto-plastique.....	31
2.3. Principe de l'essai d'adhérence par choc laser.....	31
2.3.1. Mécanismes de sollicitation en traction.....	32
2.3.1.1. Traction principale.....	32
2.3.1.2. Traction secondaire.....	32
2.3.1.3. Traction engendrée par les effets 2D.....	33
2.3.2. Détermination du niveau de traction.....	34
2.3.2.1. Calcul direct.....	34
2.3.2.2. Modélisation numérique.....	34
2.3.3. Détection de l'endommagement.....	35
2.3.3.1. Observation post-opératoire.....	35
2.3.3.2. Interférométrie laser VISAR* .....	35

<b>3. MISE EN VITESSE DES PROJECTILES.....</b>	<b>36</b>
3.1. Procédé cold spray.....	36
3.1.1. Principe de la propulsion.....	36
3.1.2. Optimisation des conditions de projection.....	36
3.1.2.1. Vitesse critique.....	36
3.1.2.2. Augmentation de la vitesse d'impact.....	37
3.1.2.3. Amélioration des propriétés des revêtements.....	37
3.1.3. Interaction gaz / matière.....	38
3.1.4. Simulation numérique du procédé.....	39
3.1.4.1. Modélisation de l'écoulement gazeux.....	39
3.1.4.2. Modélisation de l'impact des particules.....	39
3.1.5. Mécanismes d'adhérence.....	40
3.1.5.1. Adhérence des particules.....	40
3.1.5.2. Adhérence des dépôts.....	41
3.2. Plaquage d'écaille par choc laser.....	41
3.2.1. Envol de plaque par choc laser.....	41
3.2.2. Envol d'écaille par choc laser.....	42
<b>4. DETERMINATION DES CONDITIONS D'IMPACT.....</b>	<b>43</b>
4.1. Par modélisation numérique.....	43
4.2. Par mesure expérimentale.....	45
4.2.1. Vitesse de projection.....	45
4.2.2. Température de préchauffage.....	46
<b>5. METALLURGIE DU COUPLE CU/AL.....</b>	<b>47</b>
5.1. Diffusion.....	48
5.1.1. Théorie de la diffusion.....	48
5.1.2. Diffusion à l'état solide.....	48
5.1.3. Diffusion à l'état liquide.....	49
5.1.4. Oxydation.....	49
5.2. Intermétalliques.....	50
5.2.1. Formation à l'équilibre.....	50
5.2.1.1. Conditions de formation à l'équilibre.....	50
5.2.1.2. Vitesse de formation à l'équilibre.....	51
5.2.2. Formation hors d'équilibre.....	51
5.2.2.1. Conditions de formation hors d'équilibre.....	51
5.2.2.2. Vitesse de formation hors d'équilibre.....	51
 <b><u>CHAPITRE 2 : Matériaux, Techniques expérimentales</u></b>	
<b><u>et Simulations numériques.....</u></b>	
<b>1. MATERIAUX.....</b>	<b>56</b>
1.1. Projectiles de cuivre.....	56
1.2. Cibles en aluminium.....	56

<b>2. TECHNIQUES DE PROJECTION.....</b>	<b>57</b>
2.1. Projection cold spray.....	57
2.1.1. Matériel de projection.....	57
2.1.2. Elaboration des particules élémentaires.....	59
2.1.3. Observation par caméra rapide.....	60
2.1.4. Mesure par thermocouples.....	61
2.2. Envol d'écaille par choc laser.....	61
2.2.1. Laser de puissance.....	61
2.2.2. Conditions de choc et écaillage.....	62
2.2.3. Mesure par interférométrie laser.....	62
<b>3. ETUDE DES SURFACES ET DES INTERFACES.....</b>	<b>63</b>
3.1. Méthodes d'analyse.....	63
3.1.1. Préparation des échantillons en coupe.....	63
3.1.2. Microscopie.....	64
3.1.2.1. Microscopie optique.....	64
3.1.2.2. Microscopie électronique à balayage.....	64
3.1.3. Microanalyse X.....	64
3.1.4. Nanoindentation.....	65
3.1.5. Analyses en microscopie électronique en transmission.....	66
3.1.5.1. Préparation de lames minces.....	66
3.1.5.2. Observations et analyses.....	67
3.1.6. Analyse d'image.....	68
3.1.6.1. Rugosité de surface.....	68
3.1.6.2. Morphologie et rugosité.....	69
3.2. Caractérisation mécanique par essai d'adhérence par choc laser « LASAT* ».....	70
3.2.1. Chaîne laser et conditions.....	70
3.2.2. Analyse de l'endommagement.....	71
<b>4. OUTILS DE SIMULATION NUMERIQUE.....</b>	<b>72</b>
4.1. Simulations monodimensionnelles.....	72
4.2. Simulations bidimensionnelles.....	72
4.2.1. Essais d'adhérence et calibration.....	72
4.2.2. Impact des projectiles.....	73
4.3. Simulations tridimensionnelles.....	74
<b><u>CHAPITRE 3 : Détermination des conditions d'impact.....</u></b>	<b><u>75</u></b>
<b>1. PROPRIETES DES POUDRES, DES ECAILLES ET DES CIBLES.....</b>	<b>78</b>
1.1. Oxydation des matériaux.....	78
1.2. Microstructure.....	78
1.3. Propriétés mécaniques.....	79

1.4. Morphologie.....	80
1.4.1. Rugosité des substrats et de la plaque de cuivre.....	80
1.4.2. Morphologie de l'écaille avant impact.....	80
1.4.2.1. Analyse de la plaque support.....	80
1.4.2.2. Analyse de l'écaille en vol.....	84
1.4.2.3. Analyse de l'écaille adhérent à la cible.....	85
1.5. Conclusion et perspectives.....	86
<b>2. VITESSE D'IMPACT DES PROJECTILES.....</b>	<b>86</b>
2.1. Impact des écailles.....	86
2.1.1. Détermination par interférométrie laser.....	86
2.1.2. Détermination par ombroscopie.....	88
2.2. Impact des particules.....	89
2.2.1. Mise en évidence du différentiel de vitesse.....	89
2.2.2. Sélection des particules.....	90
2.2.2.1. Obtention des particules élémentaires.....	90
2.2.2.2. Utilisation d'un masque.....	90
2.2.3. Estimation de la vitesse par système optique.....	91
2.2.3.1. Dispositif expérimental.....	91
2.2.3.2. Choix de la distance de projection.....	92
2.2.3.3. Influence des conditions de projection.....	93
2.2.3.4. Influence du masque sur la vitesse des particules.....	94
2.2.4. Estimation de la vitesse par simulation numérique.....	97
2.3. Conclusion et perspectives.....	98
<b>3. TEMPERATURE AVANT IMPACT.....</b>	<b>98</b>
3.1. Procédé d'écailage par choc laser.....	98
3.2. Procédé cold spray.....	99
3.2.1. Température de la zone d'impact du jet.....	99
3.2.2. Coefficient d'échange convectif de la zone d'impact du jet.....	101
3.2.2.1. Mesure dynamique de température.....	101
3.2.2.2. Modélisation du thermocouple.....	102
3.2.2.3. Calcul du coefficient d'échange convectif.....	103
3.2.2.4. Discussion.....	105
3.2.3. Température de surface de la cible.....	106
3.2.3.1. Température de surface lors d'une projection sans masque.....	106
3.2.3.2. Température de surface lors d'une projection avec masque.....	109
3.2.4. Température d'une particule projetée par cold spray.....	109
3.2.5. Influence de la température des matériaux sur l'impact.....	110
3.2.5.1. Dispositif expérimental d'accélération de poudre par choc laser.....	110
3.2.5.2. Effet de la température.....	112
3.2.5.3. Modélisation numérique du procédé d'envol par choc laser.....	113
3.3. Conclusion et perspectives.....	115
<b>4. CONCLUSION.....</b>	<b>117</b>

## **CHAPITRE 4 : Simulation numérique de l'impact.....119**

### **1. MODELISATION DE L'IMPACT DES PARTICULES.....122**

1.1. Modèle de simulation numérique.....	122
1.1.1. Modélisation et maillage.....	122
1.1.2. Conditions initiales.....	123
1.1.3. Conditions limites.....	123
1.2. Influence de la vitesse d'impact.....	123
1.2.1. Evolution de la morphologie finale particule – substrat.....	123
1.2.2. Evolution de la température à l'interface.....	124
1.2.3. Evolution de la pression de contact.....	126
1.2.4. Conclusion.....	128
1.3. Influence du diamètre de particule.....	128
1.3.1. Evolution de la morphologie finale.....	129
1.3.2. Evolution de la température à l'interface.....	129
1.3.3. Evolution de la pression de contact.....	130
1.3.4. Conclusion.....	131
1.4. Influence de la nature du substrat.....	131
1.4.1. Evolution de la morphologie finale.....	131
1.4.2. Evolution de la température à l'interface.....	132
1.4.3. Evolution de la pression de contact.....	133
1.4.4. Conclusion.....	133

### **2. MODELISATION DE L'IMPACT DES ECAILLES.....135**

2.1. Modèle de simulation numérique.....	135
2.2. Influence de la température de préchauffage.....	135
2.2.1. Evolution de la morphologie finale.....	135
2.2.2. Evolution de la température à l'interface.....	135
2.2.3. Evolution de la pression de contact.....	136
2.2.4. Conclusion.....	137

### **3. CONCLUSION.....139**

## **CHAPITRE 5 : Phénoménologie à l'interface.....141**

### **1. INFLUENCE DE LA VITESSE D'IMPACT.....144**

1.1. Fond de particule.....	144
1.1.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$ .....	145
1.1.2. Impact à $430\text{m.s}^{-1}$ .....	146
1.1.3. Impact à $480\text{m.s}^{-1}$ .....	147
1.1.4. Discussion.....	148

1.2. Zone intermédiaire.....	149
1.2.1. Impact à 380m.s <sup>-1</sup> .....	149
1.2.2. Impact à 430m.s <sup>-1</sup> .....	151
1.2.3. Impact à 480m.s <sup>-1</sup> .....	153
1.2.4. Discussion.....	154
1.3. Bord de particule.....	155
1.3.1. Impact à 380m.s <sup>-1</sup> .....	155
1.3.2. Impact à 430m.s <sup>-1</sup> .....	156
1.3.3. Impact à 480m.s <sup>-1</sup> .....	156
1.3.4. Discussion.....	157
1.4. Conclusion.....	158
1.4.1. Fond de particule.....	158
1.4.2. Zone intermédiaire.....	158
1.4.3. Bord de particule.....	159
<b>2. INFLUENCE DU DIAMETRE DE PARTICULE.....</b>	<b>159</b>
2.1. Fond de particule.....	160
2.2. Zone intermédiaire.....	161
2.3. Bord de particule.....	162
2.4. Conclusion.....	164
<b>3. INFLUENCE DE LA NATURE DU SUBSTRAT.....</b>	<b>165</b>
3.1. Fond de particule.....	165
3.2. Zone intermédiaire.....	166
3.3. Bord de particule.....	167
3.4. Conclusion.....	168
<b>4. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE PRECHAUFFAGE.....</b>	<b>169</b>
4.1. Préchauffage à 20°C.....	169
4.2. Préchauffage à 200°C.....	170
4.3. Préchauffage à 400°C.....	173
4.4. Conclusion.....	172
<b>5. CONCLUSION.....</b>	<b>173</b>
 <b><u>CHAPITRE 6 : Adhérence.....</u></b>	 <b><u>175</u></b>
<b>1. MODELISATION DE L'ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER</b>	
<b>APPLIQUE AUX PARTICULES ELEMENTAIRES.....</b>	<b>178</b>
1.1. Simulation numérique de l'essai.....	178
1.1.1. Choix du modèle et paramètres de calcul.....	178
1.1.2. Théorie du modèle de fluide parfait.....	178
1.1.3. Simulation numérique du modèle de fluide parfait.....	179
1.1.4. Simulation numérique avec modélisation élasto-plastique.....	180

1.2. Choix du chargement mono – ou bidimensionnel.....	181
1.2.1. Simulation du chargement 1D appliqué aux particules.....	181
1.2.1.1. Modèle de simulation.....	181
1.2.1.2. Résultats et analyse.....	182
1.2.2. Simulation du chargement 2D appliqué aux particules.....	183
1.2.2.1. Modèle de simulation.....	183
1.2.2.2. Résultats et analyse.....	183
1.2.3. Comparaison des chargements appliqués aux particules.....	185
1.2.3.1. Simulation numérique.....	185
1.2.3.2. Validation expérimentale.....	186
1.3. Conclusion.....	188
<b>2. CALCUL DES CONTRAINTES A L'INTERFACE ENTRE LA PARTICULE ET LE SUBSTRAT.....</b>	<b>188</b>
2.1. Calibration du tir laser.....	189
2.1.1. Détermination du profil temporel de pression.....	189
2.1.1.1. Méthode expérimentale.....	189
2.1.1.2. Résultats et analyse.....	190
2.1.2. Répartition spatiale du chargement.....	191
2.1.3. Etalonnage de la Pression de surface en fonction du flux laser.....	192
2.1.3.1. Méthode expérimentale.....	192
2.1.3.2. Résultats et analyse.....	192
2.2. Calcul des contraintes.....	193
2.2.1. Influence de la géométrie de la particule.....	193
2.2.1.1. Modèle de simulation.....	193
2.2.1.2. Résultats et analyse.....	194
2.2.2. Influence du flux laser.....	196
2.2.2.1. Modèle de simulation.....	196
2.2.2.2. Résultats et analyse.....	196
2.2.3. Influence du diamètre de tache focale.....	197
2.2.3.1. Configuration du modèle numérique.....	197
2.2.3.2. Résultats et analyse.....	197
2.2.4. Influence de la position de la particule par rapport au centre de la tache.....	198
2.2.4.1. Configuration du modèle numérique.....	198
2.2.4.2. Résultats et analyse.....	198
2.2.5. Influence du lieu de l'interface.....	199
2.2.5.1. Configuration du modèle numérique.....	199
2.2.5.2. Résultats et analyse.....	200
2.3. Conclusion.....	200
<b>3. NIVEAU D'ADHERENCE DES PARTICULES.....</b>	<b>201</b>
3.1. Méthode de détermination du niveau d'adhérence.....	201
3.2. Influence de la vitesse d'impact.....	203
3.3. Influence du recouvrement des particules.....	205



3.4. Influence de la couche d'oxyde.....	206
3.4.1. Influence de la couche d'oxyde sur le niveau d'adhérence.....	206
3.4.2. Influence de la couche d'oxyde sur la morphologie des cratères.....	207
3.5. Conclusion.....	208
<b>4. CONCLUSION.....</b>	<b>210</b>
 <b><u>CHAPITRE 7 : Discussion et retombées industrielles.....</u></b>	<b><u>211</u></b>
<b>1. DISCUSSION.....</b>	<b>214</b>
1.1. Synthèse des principaux résultats.....	214
1.2. Influence de la vitesse d'impact sur l'adhérence.....	215
1.3. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur l'adhérence.....	215
1.4. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur les interactions métallurgiques....	216
1.5. Corrélation entre phénomènes métallurgiques à l'interface et adhérence.....	216
<b>2. RETOMBEES INDUSTRIELLES.....</b>	<b>217</b>
2.1. Amélioration de l'adhérence des revêtements.....	217
2.1.1. Projection à l'azote.....	218
2.1.2. Projection à l'air.....	219
2.2. Réduction des coûts de développement et de production.....	219
2.2.1. Phase de développement.....	220
2.2.2. Phase de production.....	220
2.3. Etude de la cohésion du revêtement.....	221
2.4. Contrôle des propriétés lors de la phase de production.....	222
 <b><u>CONCLUSION GENERALE.....</u></b>	<b><u>223</u></b>
 <b><u>ANNEXES .....</u></b>	<b><u>227</u></b>
ANNEXE 1 : Propriétés des matériaux de l'étude.....	229
ANNEXE 2 : Détermination analytique de la température atteinte après passage du pistolet cold spray.....	231
ANNEXE 3 : Diffusion forcée sous contrainte.....	235
 <b><u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</u></b>	<b><u>239</u></b>
 <b><u>LISTE DES PUBLICATIONS.....</u></b>	<b><u>255</u></b>

---

## *Introduction*

---



## Introduction

La projection dynamique par gaz froid, nommée « cold spray », est un procédé industriel qui permet l'élaboration de revêtements par empilement de particules de poudre. Il est innovant puisque, à la différence des autres procédés de projection, les particules accélérées aérodynamiquement sont maintenues à l'état solide jusqu'au moment de l'impact.

Economique et écologique il est attendu dans les secteurs industriels de l'aéronautique, de l'automobile ou encore de l'électronique de puissance. En effet, la haute densification des dépôts obtenus et l'absence d'oxydation des matériaux durant la projection permettent de protéger les pièces sensibles des fortes contraintes mécaniques et thermiques tout en assurant une bonne tenue au revêtement. L'absence de porosité et de couche d'oxyde, réfractaire, autour des particules du dépôt permet également de conférer d'excellentes propriétés de conduction électrique et thermique en surface de pièces massives. L'aluminium, très léger, et le cuivre, excellent conducteur, sont des matériaux largement utilisés pour cette dernière application.

En cold spray, comme pour les autres procédés de projection, l'adhérence des revêtements élaborés constitue un paramètre déterminant quant à la fiabilité des pièces industrielles. Ces dernières requièrent des niveaux d'adhérence différents selon les applications et nécessitent donc qu'ils soient déterminés. Toutefois, l'étude de l'adhérence réalisée sur des pièces témoins est généralement onéreuse et fastidieuse. En effet, de grandes quantités de poudre, de gaz et de substrat sont consommées et les mesures sont réalisées par des essais normalisés sur des éprouvettes complexes. Ainsi, l'influence sur l'adhérence des phénomènes locaux aux interfaces, entre les particules et le substrat puis entre les particules elles-mêmes, durant la phase d'élaboration, n'est généralement pas prise en compte. De plus, ces phénomènes survenant aux interfaces n'ont, en cold spray, pas encore été élucidés.

La tenue mécanique d'un revêtement réalisé par cold spray dépend de l'adhérence à l'interface et de la cohésion au sein du dépôt, i.e. de l'adhérence entre les particules qui le constituent. Pour la comprendre, il convient d'en étudier les différents aspects. L'étude de l'adhérence de l'interface peut aisément être ramenée à celle des premières particules qui entrent en collision avec le substrat, nommées « splats\* ». L'étude de la cohésion peut également être réalisée à travers celle de particules élémentaires projetées sur un substrat de même nature que la poudre. En revanche, les propriétés mécaniques de ce substrat doivent préalablement être modifiées. En effet, la face supérieure de la première couche du revêtement, générée par empilement de quelques particules qui se sont déformées, constitue une nouvelle surface de contact pour les particules suivantes. Rugueuse, elle présente donc des propriétés différentes de celles du matériau massif correspondant. L'adhérence des particules suivantes donc celle des particules entre elles est alors équivalente à celle de premières particules écrasées sur un substrat préalablement traité.

L'enjeu de cette étude est la compréhension et la quantification de l'adhérence interfaciale par l'analyse de la phase d'accrochage des premières particules dispersées à la surface du

substrat, en fonction des conditions d'impact. Ces dernières ont, en effet, une influence directe sur les phénomènes survenant à l'interface particule-substrat donc sur l'adhérence. Ainsi, cette étude propose une méthode permettant de relier les conditions de projection aux conditions d'impact, aux mécanismes survenant entre la particule et le substrat durant l'impact et, enfin, au niveau d'adhérence des particules correspondantes. Les phénomènes responsables de l'adhésion pourront ainsi être mis en évidence et leur influence quantifiée.

Les conditions d'impact considérées dans cette étude sont la vitesse, la température de préchauffage, i.e. avant que les matériaux n'entrent en contact, et, enfin, l'état de surface des matériaux. La variation de ces conditions doit entraîner la modification de l'intensité des grandeurs locales à l'interface, qui évoluent durant l'impact jusqu'à ce que la particule et le substrat aient retrouvé leur état initial. Cette évolution des paramètres est la clé de l'activation de mécanismes physico-chimiques responsables de l'adhérence, le long de l'interface. La quantification de ces phénomènes requiert la mise en place de techniques originales de préparation et de visualisation. D'autre part, la détermination du niveau d'adhérence des particules élémentaires en fonction des conditions d'impact doit conjointement être menée. Pour cela, une extension atypique de l'essai d'adhérence par choc laser (LASAT\*, « LAsEr Shock Adhesion Test ») est développée dans cette étude. Fondée sur les effets engendrés par la propagation bidimensionnelle des ondes de choc, usuellement proscrits lors des essais d'adhérence par choc laser, cette technique est la seule permettant de solliciter des objets de si petites dimensions. Ainsi, les mécanismes mis en jeu à l'interface pourront être élucidés et l'adhérence quantifiée.

Lors de l'impact en cold spray, les particules pénètrent dans le substrat et, à partir de là, sont donc confinées. Les déformations et les frottements engendrés entraînent une forte augmentation locale de température. L'influence de la température de préchauffage sur les phénomènes induits est donc difficile à étudier. Afin d'y parvenir, le procédé d'envol d'écailles par choc laser est mis en œuvre dans cette étude. Il permet, en effet, de générer des projectiles fins et plats qui, lors de l'impact, ne pénètrent pas dans le substrat et évoluent donc le long de sa surface, sans confinement. Pour déterminer l'influence de la température de préchauffage sur les mécanismes à l'interface, l'étude de l'impact d'écailles, projetées à des vitesses comparables à celles obtenues en projection cold spray, se substitue donc à celle de l'impact de particules. Dans ce mémoire, les deux procédés générateurs d'impacts seront traités.

L'étude de l'influence des conditions d'impact sur l'adhérence des particules élémentaires est présentée dans ce mémoire en sept chapitres :

Le chapitre 1 propose une analyse bibliographique relative aux principaux éléments abordés tout au long de cette étude. Une première partie explicite la notion d'adhérence et présente les essais expérimentaux les plus usuellement exploités pour la mesure d'adhérence des revêtements et des particules. Avec une description de l'interaction laser / matière et de la propagation des ondes de choc, la deuxième partie est relative au fonctionnement de l'essai d'adhérence par choc laser dans ses différentes variantes. La troisième partie présente les procédés cold spray et d'écaillage par choc laser, générateurs d'impacts. Puis, les principales méthodes de détermination des conditions d'impact sont abordées dans une quatrième partie.

Enfin, la dernière partie est centrée sur la description du comportement métallurgique du couple Cu / Al sous contrainte dynamique.

Le chapitre 2 détaille les matériaux considérés pour cette étude ainsi que les paramètres des différents procédés qui ont permis de générer les particules élémentaires et les écailles. Les différentes techniques d'analyse et procédés de caractérisation puis les outils de modélisation numérique y sont également présentés.

Le chapitre 3 porte sur la détermination des conditions d'impact en cold spray et par écaillage par choc laser. L'état de surface, la vitesse d'impact et la température de préchauffage, i.e. avant contact des matériaux, y sont analysés afin d'établir le lien entre les conditions de projection et d'impact.

Le chapitre 4 est consacré à la simulation numérique de l'impact. L'influence de la vitesse, de la taille des projectiles, de la température de préchauffage et de la nature des matériaux projetés y est prise en compte. Pour cela, l'analyse de la modification, par variation de ces paramètres, de la morphologie après impact et de l'évolution des grandeurs locales proches de l'interface, telles que la température ou la pression de contact, est menée.

Le chapitre 5 présente les phénomènes et mécanismes induits aux interfaces par les conditions d'impact via des observations réalisées à fine échelle proche de l'interface. L'origine et la chronologie des interactions responsables de l'adhérence y sont établies. L'influence des conditions d'impact, qui provoque l'évolution des paramètres décrits au chapitre 4, sur ces mécanismes physico-chimiques y est abordée.

Le chapitre 6 présente l'analyse du bien-fondé de l'application de l'essai d'adhérence par choc laser aux particules élémentaires. Une méthode y est proposée afin de déterminer leur niveau d'adhérence. La simulation numérique s'y rapportant y est développée afin de calculer les contraintes à l'interface entre le substrat et la particule, en fonction de la morphologie et de la position de cette dernière. Enfin, l'adhérence des particules y est déterminée en fonction des conditions de projection.

Le chapitre 7 revient sur le lien entre les mécanismes interfaciaux responsables de l'adhérence et le niveau d'adhérence correspondant des particules. Une discussion sur les retombées scientifiques et industrielles y est développée. Les différentes méthodes à mettre en œuvre afin de mieux contrôler le procédé, améliorer l'adhérence des revêtements et réduire les coûts de production y sont explicitées.

Un récapitulatif des principaux résultats obtenus tout au long de cette étude ainsi que la mise en avant des perspectives scientifiques clôturent ce mémoire.



---

*Chapitre 1 :*  
*Eléments bibliographiques*

---





# Chapitre 1 :

## Eléments bibliographiques

### Sommaire

<b>1. NOTION D'ADHERENCE .....</b>	<b>20</b>
1.1. Adhésion.....	20
1.2. Adhérence.....	20
1.3. Mesures .....	21
1.3.1. Adhérence des revêtements .....	21
1.3.2. Adhérence des particules.....	21
<b>2. ESSAIS D'ADHERENCE PAR CHOC LASER.....</b>	<b>22</b>
2.1. Interaction laser / matière .....	22
2.1.1. Principe du choc laser.....	23
2.1.2. Modes libres et confinés.....	24
2.1.2.1. Mode libre ou « régime direct » .....	24
2.1.2.2. Mode confiné .....	24
2.2. Propagation unidimensionnelle des ondes de choc .....	25
2.2.1. Propagation dans un matériau au comportement de fluide parfait .....	25
2.2.1.1. Définition .....	25
2.2.1.2. Equations de conservation.....	25
2.2.1.3. Représentations graphiques et résolution des équations.....	27
2.2.1.4. Amortissement hydrodynamique .....	28
2.2.2. Propagation dans un matériau au comportement élasto-plastique.....	29
2.2.2.1. Définition .....	29
2.2.2.2. Equations de conservation.....	29
2.2.2.3. Représentations graphiques et résolution des équations.....	30
2.2.2.4. Amortissement élasto-plastique .....	31
2.3. Principe de l'essai d'adhérence par choc laser.....	31
2.3.1. Mécanismes de sollicitation en traction .....	32
2.3.1.1. Traction principale .....	32
2.3.1.2. Traction secondaire .....	32
2.3.1.3. Traction engendrée par les effets 2D.....	33
2.3.2. Détermination du niveau de traction .....	34
2.3.2.1. Calcul direct .....	34
2.3.2.2. Modélisation numérique.....	34
2.3.3. Détection de l'endommagement.....	35
2.3.3.1. Observation post-opératoire .....	35
2.3.3.2. Interférométrie laser VISAR* .....	35

<b>3. MISE EN VITESSE DES PROJECTILES.....</b>	<b>36</b>
3.1. Procédé cold spray .....	36
3.1.1. Principe de la propulsion.....	36
3.1.2. Optimisation des conditions de projection .....	36
3.1.2.1. Vitesse critique.....	36
3.1.2.2. Augmentation de la vitesse d'impact .....	37
3.1.2.3. Amélioration des propriétés des revêtements.....	37
3.1.3. Interaction gaz / matière .....	38
3.1.4. Simulation numérique du procédé.....	39
3.1.4.1. Modélisation de l'écoulement gazeux .....	39
3.1.4.2. Modélisation de l'impact des particules .....	39
3.1.5. Mécanismes d'adhérence .....	40
3.1.5.1. Adhérence des particules.....	40
3.1.5.2. Adhérence des dépôts.....	41
3.2. Plaquage d'écaille par choc laser .....	41
3.2.1. Envol de plaque par choc laser.....	41
3.2.2. Envol d'écaille par choc laser.....	42
<b>4. DETERMINATION DES CONDITIONS D'IMPACT.....</b>	<b>43</b>
4.1. Par modélisation numérique.....	43
4.2. Par mesure expérimentale .....	45
4.2.1. Vitesse de projection .....	45
4.2.2. Température de préchauffage.....	46
<b>5. METALLURGIE DU COUPLE CU/AL.....</b>	<b>47</b>
5.1. Diffusion.....	48
5.1.1. Théorie de la diffusion .....	48
5.1.2. Diffusion à l'état solide .....	48
5.1.3. Diffusion à l'état liquide.....	49
5.1.4. Oxydation .....	49
5.2. Intermétalliques .....	50
5.2.1. Formation à l'équilibre .....	50
5.2.1.1. Conditions de formation à l'équilibre .....	50
5.2.1.2. Vitesse de formation à l'équilibre .....	51
5.2.2. Formation hors d'équilibre.....	51
5.2.2.1. Conditions de formation hors d'équilibre.....	51
5.2.2.2. Vitesse de formation hors d'équilibre .....	51

Le chapitre 1 propose une analyse bibliographique relative aux principaux éléments abordés tout au long de cette étude. L'enjeu de cette dernière est de mettre en évidence l'évolution des phénomènes qui se produisent le long de l'interface en fonction des conditions d'impact et des grandeurs locales de pression et de température, puis de les corrélérer au niveau d'adhérence des particules. Une première partie s'attache donc à expliciter la notion d'adhérence et à présenter les essais expérimentaux les plus usuellement exploités pour la mesure d'adhérence des revêtements et des particules. Avec une description de l'interaction laser / matière et de la propagation des ondes de choc, la seconde partie est relative au fonctionnement de l'essai d'adhérence par choc laser dans ses différentes configurations. La troisième partie présente les procédés cold spray et d'écaillage par choc laser, générateurs d'impacts. Puis, les principales méthodes de détermination des conditions d'impact sont abordées dans une quatrième partie. Enfin, la dernière partie est centrée sur la description du comportement métallurgique du couple Cu / Al sous contrainte dynamique.

## **1. NOTION D'ADHERENCE**

### **1.1. Adhésion**

L'adhésion peut être définie comme l'ensemble des interactions physico-chimiques qui se produisent lors de la mise en contact de deux matériaux. Ces interactions se surviennent uniquement lorsque le contact est intime, i.e. lorsque les matériaux sont suffisamment proches ( $<0,5\text{nm}$ ) [WEIS95]. Elles provoquent ainsi une résistance mécanique à la séparation.

L'énergie d'adhésion peut être définie comme l'énergie nécessaire à la séparation donc la somme de l'ensemble des interactions à l'interface. Parmi elles, les phénomènes de liaisons interatomiques chimiques, qui comprennent les liaisons métalliques, ioniques et covalentes, puis physiques, représentées par les liaisons de Van der Waals, sont à prendre en compte. Puis, des interactions peuvent être formées par diffusion. Pour le couple métal / métal, ce phénomène peut aboutir, lorsque l'énergie apportée est suffisante, à la formation de phases intermédiaires dans la zone de transition. L'interface disparaît alors au profit de la formation d'une zone interfaciale. L'interdiffusion tend de manière générale à améliorer l'adhésion entre les matériaux [PET095] [RICH96]. Le phénomène de diffusion peut également s'étendre au couple oxyde / métal ; le couplage des liaisons engendrées reste néanmoins difficilement compréhensible [DARQ03].

### **1.2. Adhérence**

L'adhérence est la quantité d'énergie à fournir pour désolidariser deux matériaux ou deux parties d'un matériau monolithique. Cette énergie vise à contrer les liaisons interatomiques (cf. § 4.1) de la diffusion (cf. § 4.1), de l'ancrage mécanique ainsi qu'à combler les pertes dues aux déformations plastiques lors des essais d'adhérence (cf. § 1.3.1).

L'ancrage mécanique, caractérisé par la pénétration des particules dans le substrat dans le cas du cold spray (cf. § 3.1), mène généralement à une amélioration de l'adhérence. Cette dernière résulte en effet de l'accroissement de l'énergie mécanique dû à la déviation de la rupture sur les inégalités de l'interface.

L'interdiffusion, dont le résultat produit une zone de transition, favorise l'adhésion et élève la qualité de l'adhérence. L'amélioration de la qualité de l'adhérence lors de la formation de composés intermétalliques est en revanche controversée. Plus fragiles que les matériaux initiaux, ils peuvent en effet l'améliorer [FOLI01] [MORK02] [BAHB04] [BARR05] ou au contraire la détériorer [RICH96] [SHIN02].

L'adhérence peut donc être qualifiée de grandeur macroscopique qui englobe entre autres les effets microscopiques donc l'adhésion elle-même. L'énergie d'adhérence, égale à la somme de l'énergie d'adhésion et de l'énergie de déformation des différentes pièces, reste donc supérieure à l'adhésion et représente la seule grandeur accessible expérimentalement et numériquement [VOLI02] [SILV03]. En effet, lors des essais d'adhérences, la matière autour de l'interface est nécessairement déformée plastiquement. L'essai d'adhérence par choc laser ne déroge pas à cette règle. Ce seront donc les niveaux d'adhérence qui seront estimés dans la suite de ce mémoire.

### 1.3. Mesures

#### 1.3.1. Adhérence des revêtements

De nombreux essais permettent la mesure d'adhérence des revêtements [STAN74] [SUHA74] [LIN94] [CHAL91]. Le plus courant est l'essai de plot-collé, une méthode par traction dont le principe consiste à coller un barreau sur le revêtement, un autre sur le substrat, puis à réaliser une traction en les écartant axialement (Figure I-1.a). Outre un alignement qui doit être parfait, la difficulté de cette technique réside dans la colle, dont l'adhérence au substrat ou au dépôt se révèle parfois inférieure à l'adhérence interfaciale [GASS01]. De plus, la déformation de l'adhésif perturbe la mesure [RICK88].

Pour pallier ces inconvénients, des essais de traction normalisés ont été développés sur de fines éprouvettes usinées horizontalement ou verticalement à l'interface entre le substrat et le revêtement [GÄRT06] [KOCA01] (Figure I-1.b). Usinées par électroérosion, les éprouvettes de ce « micro flat tensile test » dont l'épaisseur est de 500µm sont fastidieuses à obtenir et peuvent toutefois présenter des interfaces légèrement altérées.

Afin de simplifier la préparation des éprouvettes, un essai de traction sur un revêtement tubulaire a été développé [SCHM06]. Cette technique consiste à maintenir deux substrats cylindriques en vis-à-vis par l'intermédiaire d'une vis, uniquement présente durant la phase d'élaboration. Le dépôt, réalisé sur la surface périphérique des cylindres, rend les deux parties solidaires (Figure I-1.c). La vis est ensuite retirée puis la pièce est montée sur une machine de traction classique afin d'être soumise à un essai d'adhérence.

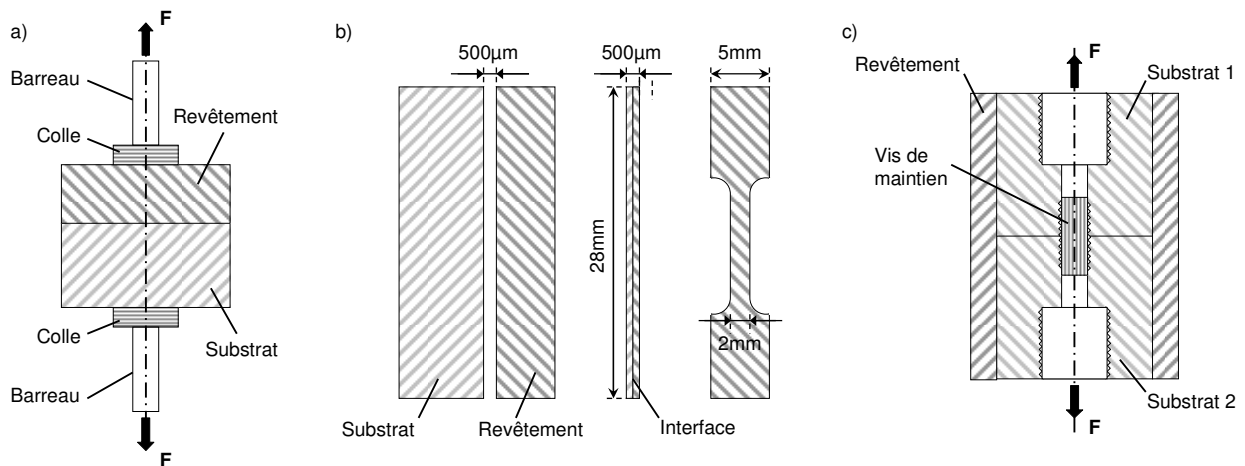


Figure I-1 : Schéma de différents essais de traction applicables aux revêtements

Les méthodes par cisaillement, par indentation interfaciale, par gonflement constituent autant d'autres procédés qui peuvent également être utilisés. Cependant, la mise en place de ces méthodes, qui ne pourraient pas constituer des essais de routine industrialisables, est toujours fastidieuse. De plus, ces méthodes ne peuvent être appliquées aux particules élémentaires.

#### 1.3.2. Adhérence des particules

L'un des premiers essais d'adhérence applicable aux particules élémentaires a été élaboré en 1976, lors de l'étude des « splats\* » (ou particules élémentaires projetées et adhérentes au substrat) obtenus par projection plasma. L'adhérence du revêtement a alors été étudiée à l'échelle microscopique, en cisillant individuellement les particules adhérentes à la surface du substrat [RYKA76]. Cette technique repose sur le principe d'une balance, montée sur une table

X-Y micrométrique (Figure I-2). De part et d'autre d'un point pivot sont positionnés une microlame et un réceptacle pouvant accueillir des poids. En charge, la microlame remonte et raye un substrat positionné à la verticale. La rencontre d'une particule isolée bloque le mouvement si l'adhérence de cette dernière est supérieure à la charge appliquée. Dans le cas contraire, le splat\* est décollé. Une loupe binoculaire positionnée sur la table support permet la visualisation, en cours d'expérience, de l'interaction entre la particule et la microlame.

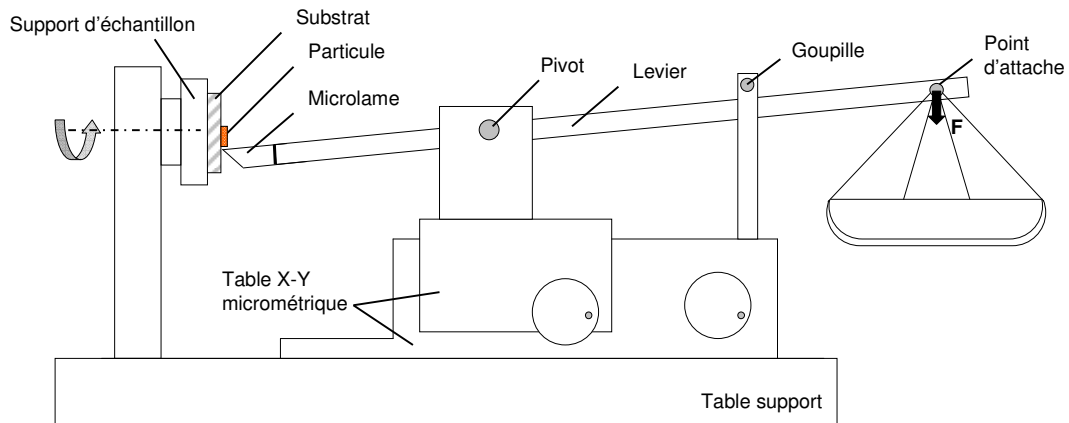


Figure I-2 : Schéma de l'essai d'adhérence développé pour éprouver en cisaillement les splats\* obtenus par projection plasma [RYKA76]

Ce système de détermination de l'adhérence à l'échelle submillimétrique a été développé dans le cadre de particules fondues projetées sur un matériau solide. Ces dernières n'étaient donc pas ancrées mécaniquement dans le substrat. Dans le cas du cold spray, les particules sont projetées à l'état solide. En fonction de la dureté des matériaux mis en jeu, elles pénétreront plus ou moins profondément. Dans le cas de particules de cuivre projetées sur un acier inoxydable, cette méthode est applicable [FUKU09]. En revanche, dans le cas des particules de cuivre projetées sur un substrat d'aluminium, les profondeurs de pénétration ne sont pas négligeables [KING08]. Il faudra donc se tourner vers un autre type d'essai si l'on veut pouvoir quantifier l'adhérence des particules enchâssées. L'essai d'adhérence par choc laser (Laser shock adhesion Test ou « LASAT\* »), décrit dans le paragraphe 5, est un essai simple à mettre en œuvre, sans contact mécanique avec la particule, qui doit permettre de déterminer des seuils d'adhérence pour ce type de morphologie.

Le principe de cet essai est d'irradier la face avant du substrat, i.e. celle ne contenant pas les particules, avec un laser de puissance afin de générer une onde de choc qui va se propager dans la matière. Par le jeu des interactions entre les ondes de choc et de détente dans le matériau, une sollicitation en traction est imposée à l'interface entre la particule et le substrat. Lorsque la contrainte est suffisante, i.e. lorsque le seuil d'adhérence est dépassé, la particule est décollée.

## 2. ESSAIS D'ADHERENCE PAR CHOC LASER

### 2.1. Interaction laser / matière

Il existe différentes méthodes pour créer des chocs dans les matériaux : par explosif condensé, par impact de matériaux à grande vitesse ou encore par interaction laser – matière. Le choc laser est particulièrement approprié pour l'étude des particules élémentaires car il permet de solliciter le matériau très localement, i.e. sur des surfaces de quelques  $\text{mm}^2$  [VOSS78]. Pour pallier les difficultés engendrées par les essais d'adhérence mécaniques

classiques, cette technique devrait d'ici peu constituer un essai de substitution viable pour le secteur industriel [BOUS96]. Par conséquent, le procédé de génération des chocs par laser sera utilisé dans cette étude.

Lorsqu'un laser est focalisé sur une cible d'aluminium, les ondes électromagnétiques pénètrent sur quelques nanomètres d'épaisseur [VERD03] et interagissent avec la matière. Celles-ci élèvent alors localement l'agitation thermique et le matériau s'échauffe avant que l'énergie thermique ne soit dissipée par conduction [CATH91]. En fonction de la quantité d'énergie apportée et de la durée de l'interaction, le niveau de température atteint peut conduire à la fusion [SEMA97], à la vaporisation [LIND00] ou encore à l'ionisation [HERM91] superficielle de la matière. L'expansion du plasma dense formé par ce dernier état conduit à la génération d'une onde de choc mécanique qui se propage en contre-réaction à l'intérieur du matériau.

### 2.1.1. Principe du choc laser

Le principe du choc laser est de générer une onde de choc à partir d'un laser de puissance, i.e. délivrant de très grandes puissances sur des sections de petites dimensions et pendant un très court instant. Les ordres de grandeurs en sont le  $\text{GW.cm}^{-2}$ , la dizaine de millimètres carré et la dizaine de nanosecondes. Connaissant la relation  $\phi_i = \frac{E_{\text{laser}}}{\tau_{\text{impulsion}} \cdot S_{\text{focale}}}$  (Eq. I.1) qui relie la densité surfacique de puissance à l'énergie apportée, à la durée d'impulsion et à la surface d'impact, on s'aperçoit que le laser ne nécessite pas une forte énergie pour fournir un flux incident d'amplitude élevée. Il n'excède généralement pas les quelques dizaines de joules.

Une fois les paramètres fixés, lorsque le flux incident est suffisamment élevé, i.e. lorsqu'il est de l'ordre de quelques gigawatts par centimètre carré, la zone soumise à l'irradiation se sublime pour former un plasma qui va se détendre dans le milieu environnant. C'est ce plasma qui est au cœur de la génération de chocs laser par interaction laser-matière [BERT98]. L'expansion de ce gaz ionisé va produire, par principe d'action / réaction, une compression sur la face avant du matériau. Cette onde de compression qui est de forte amplitude se raidit rapidement pour ne plus former qu'une « discontinuité » qui se propage de manière supersonique. L'onde de choc ainsi générée effectue plusieurs allers-retours dans l'épaisseur du matériau avant d'être totalement amortie. La forme temporelle du profil de pression appliqué sur la face avant lors de l'expansion du plasma dépend du profil énergétique temporel du laser (Figure I-3). La variation du flux incident ou de la durée d'impulsion entraîne donc la modification de l'intensité de l'onde mécanique induite.

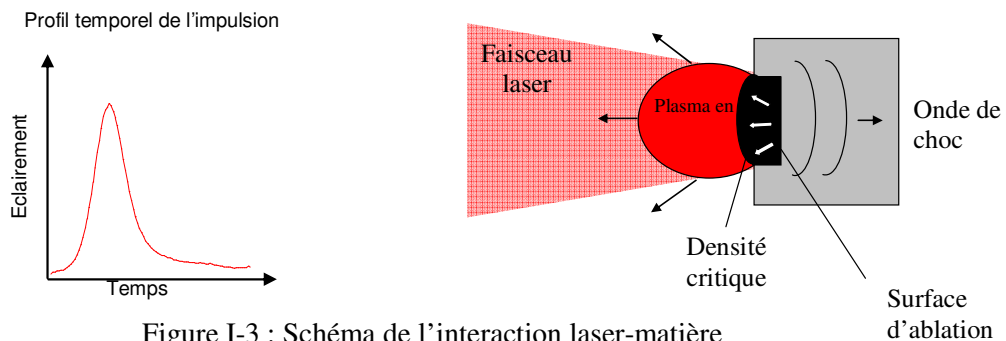


Figure I-3 : Schéma de l'interaction laser-matière

Dans le reste de cette étude, la surface du matériau qui sera soumise en premier à l'onde de choc sera nommée « face avant », en opposition avec la « face arrière » qui représente la surface du matériau qui subit en dernier le passage de l'onde.



## 2.1.2. Modes libres et confinés

### 2.1.2.1. Mode libre ou « régime direct »

Pour créer un choc dans le matériau cible, le faisceau laser doit atteindre la face avant de ce dernier. Comme expliqué précédemment, c'est le plasma créé qui absorbe littéralement l'énergie fournie par le faisceau et c'est son expansion qui provoque la compression dans le matériau. Cependant, lorsque la densité de puissance est trop importante, il est possible que ce ne soit pas le matériau mais son environnement qui interagisse avec le laser et s'ionise. Dans ce cas, l'énergie est absorbée par le milieu et la compression dans le matériau n'est plus suffisamment importante pour créer un choc. L'expansion du milieu environnant ionisé s'appelle le claquage. Ce phénomène apparaît, par exemple, aux alentours de 10 GW/cm<sup>2</sup> dans l'air [BERT98] et constitue le mécanisme principal qui limite l'intensité du choc [FABB90]. Afin d'éviter ce phénomène, les expériences peuvent être menées sous vide primaire. En revanche, de manière à atteindre une sollicitation mécanique équivalente, le flux laser utilisé doit être bien supérieur. De telles utilisations sont donc restreintes aux lasers les plus puissants. Le pic de pression atteint en régime direct peut être estimé, en GPa, par la relation [PHIP88] :

$$P_{\max} = 0,393 \varphi_0^{0,7} \lambda^{-0,3} \tau^{-0,15} \quad (\text{Eq. I.2})$$

avec :  $\varphi_0$ , la densité de puissance appliquée (en GW.cm<sup>-2</sup>)  
 $\lambda$ , la longueur d'onde du laser (égale à 1,064μm)  
 $\tau$ , la durée d'impulsion (égale à 25ns)

Cette expression ne prend toutefois pas en compte les pertes d'énergie engendrées par les transferts par radiation et surestime par conséquent l'intensité du pic de pression atteint lors de l'irradiation laser [BOLI07] [TOLL98].

### 2.1.2.2. Mode confiné

Pour atteindre une intensité de choc supérieure, il est préconisé d'imposer un milieu environnant généralement plus sensible à cette ionisation, mais plus dense, qui doit nécessairement être transparent à la longueur d'onde du laser. L'eau ou le verre sont couramment utilisés comme milieu de confinement pour les essais de choc laser. Le milieu de confinement permet en effet de contenir l'expansion du plasma formé en surface de la cible [ANDE70]. La présence d'un confinement permet d'augmenter d'un facteur 1,5 à 10 la pression appliquée sur la face avant du matériau lors de l'expansion du plasma [FABB90]. Elle permet également d'augmenter le temps de maintien du choc d'un facteur 2 à 3 [FABB90] [BERT98], du fait que l'expansion du plasma se produit plus tard que pour un confinement air. Enfin, lorsque le confinement est liquide, les effets engendrés par la rugosité de surface sont largement atténués et peuvent être négligés [FABB90].

Le pic de pression atteint en régime confiné peut être estimé, en GPa, par la relation [FABB90] :

$$P_{\max} = 0,01 \cdot \sqrt{\frac{\alpha}{\alpha + 3}} \cdot \sqrt{Z} \cdot \sqrt{\varphi_0} \quad (\text{Eq. I.3})$$

avec :  $\alpha$ , la fraction d'énergie interne du plasma en énergie thermique  
 $Z$ , l'impédance réduite du choc entre la cible et le milieu de confinement (en g.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>)  
 $\varphi_0$ , la densité de puissance appliquée (en GW.cm<sup>-2</sup>)

Dans cette expression, le paramètre  $\alpha$  est généralement fixé à 0,25 et constitue donc une source d'incertitude. D'autre part, l'impédance  $Z$ , égale à  $1,55 \cdot 10^5 \text{ g.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  pour le cuivre [BOLI07] mais qui dépend du matériau ciblé, est une grandeur difficile à trouver dans la bibliographie.

## 2.2. Propagation unidimensionnelle des ondes de choc

### 2.2.1. Propagation dans un matériau au comportement de fluide parfait

#### 2.2.1.1. Définition

Une onde de choc peut être définie comme la propagation à une vitesse  $D$  d'une discontinuité de grandeurs physiques [THIO03], thermodynamiques et cinétiques. Ainsi les variables d'état, comme la pression  $P$ , le volume massique  $v$  et l'énergie interne  $E$ , et les variables cinétiques comme la vitesse matérielle  $u$  et la vitesse de propagation de l'onde  $D$ , régissent le comportement de l'onde. Compte tenu des pressions élevées mises en jeu, i.e. de la centaine de MPa [TOLL98] à la centaine de TPa [LÖWE94] [CAUB93], la transformation de l'état initial ( $P_0$ ,  $V_0$ ,  $E_0$ ) à l'état final ( $P$ ,  $V$ ,  $E$ ) d'un milieu solide peut, en première approximation, être assimilée à celle d'un fluide isotrope et homogène (la contrainte induite s'identifie donc à la pression hydrodynamique) [ROBO].

De plus, l'hypothèse simplificatrice de l'approximation acoustique peut être choisie ; chocs et détonations se déplacent alors à la même vitesse. Cette hypothèse est d'autant plus réaliste que l'intensité du choc est faible. Vu que notre étude ne met en jeu que des pressions inférieures à 3 GPa, cette hypothèse n'engendrera pas de grandes imprécisions et sera donc appliquée par la suite.

#### 2.2.1.2. Equations de conservation

Ce sont les variables d'état (la pression  $P$ , le volume massique  $v$  et l'énergie interne  $E$ ) et les variables cinétiques (la vitesse matérielle  $u$  et la vitesse de propagation de l'onde  $D$ ) qui régissent le comportement de l'onde de choc. Les équations (autres que l'équation d'état) qui modélisent la propagation de ces dernières peuvent être obtenues en appliquant les lois de conservation, au travers de l'onde, de trois grandeurs liées aux cinq variables. Ainsi la masse  $m$ , l'impulsion (ou d'impulsion), et l'enthalpie totale  $h$  fournissent les équations nécessaires :

##### *a. Conservation de la masse*

Soit  $S$  la section du « tube » et  $\rho$  la densité. La masse totale à l'instant  $t=0$  est identique à la masse totale à l'instant  $t = t_2$ . Elles sont obtenues en multipliant la longueur  $AB$  par la masse volumique et la section (Figure I-4). D'où l'égalité :

$$S \cdot \rho_1 \cdot (D_{12} \cdot t_2 - u_1 \cdot t_2) = S \cdot \rho_2 \cdot (D_{12} \cdot t_2 - u_2 \cdot t_2) \quad (\text{Eq. I.4})$$

avec :  
 $S$ , la section  
 $\rho_1$ , la masse volumique dans l'état 1  
 $D_{12}$  : célérité de l'onde faisant passer de l'état 1 ( $u_1, \rho_1$ ) à l'état 2 ( $u_2, \rho_2$ ).  
 $D_{12} \cdot t_2 - u_1 \cdot t_2$ , la longueur  $AB$  à l'instant  $t_0 = 0$

Après simplification, il vient  $\rho_1 \cdot (D_{12} - u_1) = \rho_2 \cdot (D_{12} - u_2)$  (Eq. I.5)

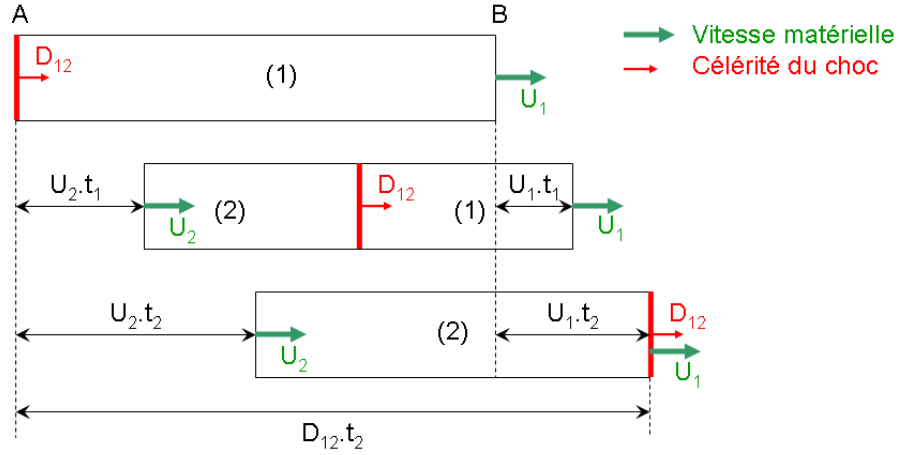


Figure I-4 : conservation de la masse avant et après choc

### b. Conservation de l'impulsion

L'équation de conservation de l'impulsion s'obtient en linéarisant l'équation du principe fondamental de la dynamique 1D:  $\sum \vec{F} = m \cdot \frac{d\vec{V}}{dt}$  (Eq. I.6). L'équation devient alors :  $\Sigma F \cdot \Delta t = m \cdot \Delta V$  (Eq. I.7). Sachant qu'au travers de l'onde  $\Sigma F = \Delta P \cdot S$  (Eq. I.8) et que d'après le paragraphe précédent  $m = \rho_1 \cdot S \cdot \Delta t \cdot (D_{12} - u_1)$  (Eq. I.9). On obtient donc :

$$(P_2 - P_1) \cdot S \cdot \Delta t = \rho_1 \cdot S \cdot (D_{12} - u_1) \cdot \Delta t \cdot (u_2 - u_1) \quad (\text{Eq. I.10}), \text{ d'où :}$$

$$(P_2 - P_1) = \rho_1 \cdot (D_{12} - u_1) \cdot (u_2 - u_1) \quad (\text{Eq. I.11})$$

### c. Conservation de l'énergie

L'épaisseur de l'onde de choc étant de l'ordre de quelques parcours moyens, il est possible de considérer le processus adiabatique. Il vient alors :

$$h_1 + \frac{(D - u_1)^2}{2} = h_2 + \frac{(D - u_2)^2}{2} \quad (\text{Eq. I.12})$$

### d. Equation d'état

Les variables  $(P, E, V)$  sont reliées par une équation d'état. Il existe plusieurs formalismes pour l'équation d'état ; pour des pressions de choc inférieures à la centaine de GPa, l'équation d'état de *Mie-Grüneisen* décrit la propagation des ondes de manière satisfaisante [ZELD66] [RICE58] [THOU97] :

$$P(E, V) - P_{\text{ref}}(V) = \frac{\Gamma}{V} (E - E_{\text{ref}}(V)) \quad (\text{Eq. I.13})$$

où  $P_{\text{ref}}$  et  $E_{\text{ref}}$  sont la pression et l'énergie interne à l'état de référence. Le coefficient  $\Gamma$ , appelé coefficient de Grüneisen, est propre au matériau et on supposera en outre que sa variation avec le volume massique est linéaire pour des pressions inférieures à 100GPa :  $\Gamma/V = \Gamma_0/V_0 = \text{constante}$  (Eq. I.14).

### 2.2.1.3. Représentations graphiques et résolution des équations

#### a. Courbe d'Hugoniot et polaire de choc

Il a été montré de manière empirique qu'il existait une relation reliant la célérité de l'onde et la vitesse matérielle correspondante du matériau :  $D = C_0 + s \cdot u$  (Eq. I.15) [THOU97]. Il est possible d'en déduire des relations reliant les grandeurs deux à deux,  $p_1 - p_0 = \frac{C_0^2 \cdot (1 - v/v_0)}{v_0 \cdot [1 - s \cdot (1 - v/v_0)]^2}$  et  $p - p_0 = \rho_0 \cdot (C_0 \cdot u + s \cdot u^2)$  (Eq. I.16 et I.17). On peut ainsi construire des abaques que constituent les courbes d'Hugoniot et les polaires de choc respectivement, faisant passer d'un état initial  $(P_0, E_0, V_0)$  à l'état suivant  $(P_1, E_1, V_1)$  :

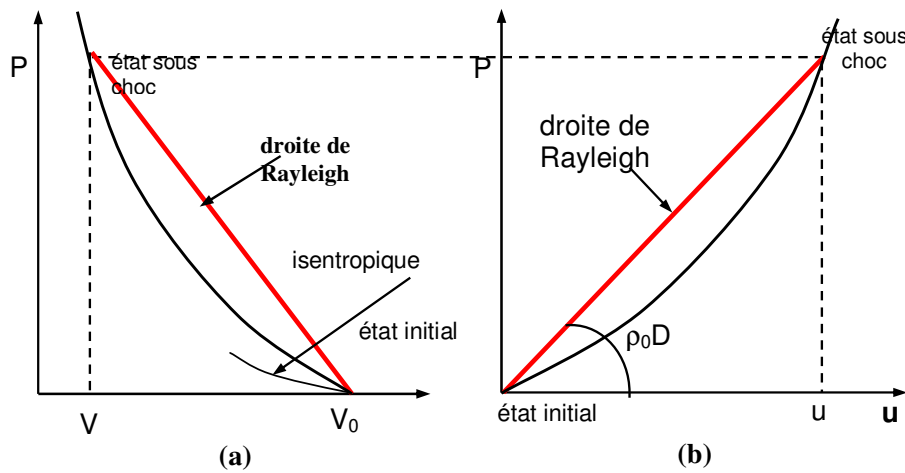


Figure I-5 : a) courbe d'Hugoniot ; b) polaire de choc ; et droites de Rayleigh

#### b. Résolution des équations de conservation

Considérons deux matériaux A et B « soudés » initialement au repos. L'impédance acoustique du matériau A, notée  $Z_A = \rho_0(A)C_0(A)$  (Eq. I.18), est supposée inférieure à celle du matériau B. Générons un choc d'amplitude  $P_1$  sur la face avant du premier et analysons l'évolution du système. L'onde de choc se propage au sein du matériau A, laissant sa partie en amont du choc ainsi que le matériau B au repos. La partie se situant en aval du choc passe quasi instantanément à l'état 1, i.e. à la vitesse  $u_1$  et à la pression  $P_1$ . Lorsque le choc arrive à l'interface, il est réfléchi en choc dans le matériau A (car  $Z_A < Z_B$ ) et transmis dans le matériau B mais son amplitude varie. Celle-ci doit être de même valeur que le choc produit dans le matériau A, se propageant dans le sens opposé, à partir de l'état 1. Le matériau A passe donc de l'état 1 à l'état 2, alors que le second passe directement à l'état 2 à partir de l'état 0 (Figure I-6.a).

Le passage à l'état 1 du matériau A s'effectue par une compression dans le sens direct (de A vers B) à partir de l'état 0. Cette compression est représentée par la polaire du matériau A, de pente positive et passant par l'état 0. Le passage à l'état 2 du matériau A s'opère par un choc se propageant dans le sens indirect (de B vers A), à partir de l'état 1. Ce choc est donc représenté par la polaire du matériau A, de pente négative (symétrique par rapport à l'axe des ordonnées de celle avec la pente positive) et passant par l'état 1 (Figure I-6.b).

Le passage à l'état 2 du matériau B s'effectue par une compression dans le sens direct à partir de l'état zéro. La compression est cette fois-ci représentée par la polaire du matériau B, de pente positive et passant par l'état 0. L'état 2 est déterminé par l'intersection des deux polaires de choc des matériaux A et B, passant par l'état 2.

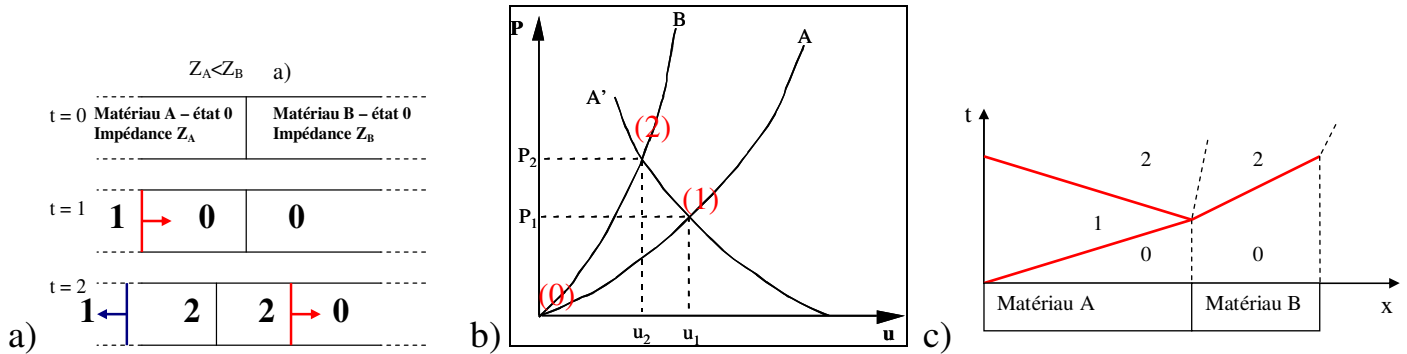


Figure I-6 : a) et c) Schéma de la propagation des ondes aux interfaces, b) polaires de choc

Les autres ondes engendrées par les réflexions sur les différentes surfaces libres (qui ne sont pas représentées ici) sont gérées de manière similaire : celles qui se propagent dans le sens direct engendrent des états visibles sur les polaires de pentes positives alors que celles qui se propagent dans le sens indirect engendrent des états visibles sur les polaires de pentes négatives (symétriques par rapport à l'axe des ordonnées des polaires de pentes positives).

La propagation des ondes de choc (en trait plein rouge) qui s'ensuit est représentée usuellement sur un diagramme distance/temps (Figure I-6.c).

#### 2.2.1.4. Amortissement hydrodynamique

Le choc principal se propage à la vitesse  $D_{01}$ , déterminée à partir des états 0 et 1 par les équations de conservation (cf. § 2.2.1.2). Lors du déchargement en pression, un faisceau d'ondes de détente se propage derrière le front de choc. Le sommet du faisceau de détente se propage à  $C_1 + u_1$ , plus rapidement que le front de choc, tandis que la base de la détente se propage à  $C_0 + u_0$ , moins rapidement que le front de choc. Il en découle que le sommet de la détente rattrape le front de choc et l'atténue, pendant que la base s'étale (Figure I-7). C'est le phénomène d'amortissement hydrodynamique [ROBO].

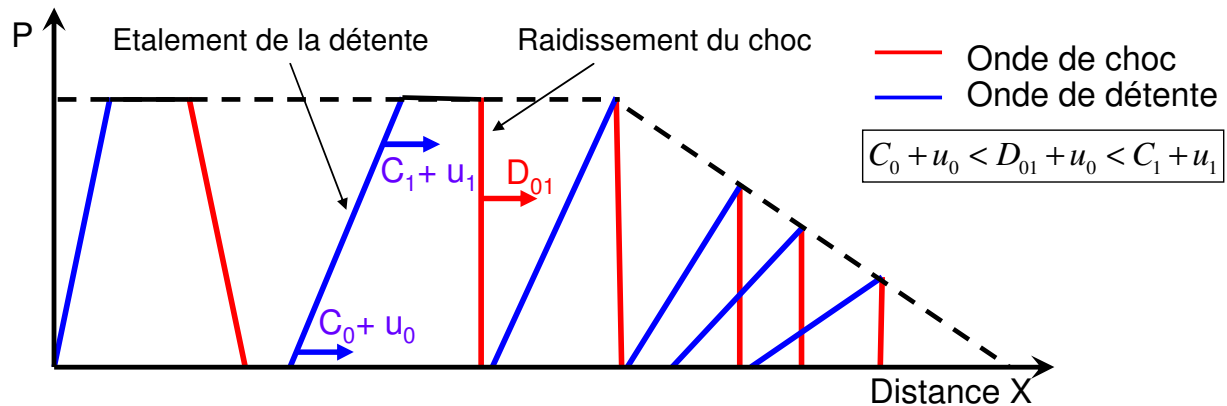


Figure I-7 : Propagation et atténuation hydrodynamique de l'onde de choc plastique

## 2.2.2. Propagation dans un matériau au comportement élasto-plastique

### 2.2.2.1. Définition

La validité du modèle précédent se limite aux chocs suffisamment intenses pour que le matériau se comporte comme un fluide parfait et subisse des déformations parfaitement plastiques. Cependant, avant d'atteindre cette phase de compression uniforme des éléments de volumes, le matériau subit une compression de type élastique dont les effets sont d'autant plus visibles que le matériau est épais. La célérité du choc élastique étant supérieure à la celle de la propagation de l'onde plastique, elle se détache petit à petit et il apparaît nettement une zone en amont appelée précurseur élastique (Figure I-8) [ROBO].

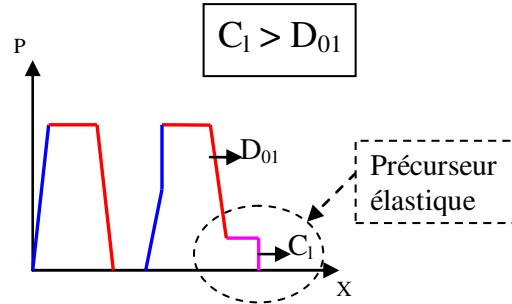


Figure I-8: Propagation générale de l'onde de choc élasto-plastique

### 2.2.2.2. Equations de conservation

Les équations introduites au paragraphe 2.2.1 restent inchangées pour des matériaux décrits avec un modèle élasto-plastique. En effet, le domaine de déformation plastique est inclus dans le comportement élasto-plastique. Cependant, des grandeurs seront rajoutées afin de modéliser le choc élastique.

#### a. Limite d'élasticité

L'évolution des contraintes sous choc ainsi que le critère de Von Mises fait aisément apparaître la limite de la contrainte  $\sigma_{xx}$ . Cette limite d'Hugoniot  $\sigma_{HEL}$ , qui représente la limite du passage entre la propagation élastique et la propagation hydrodynamique, peut s'exprimer sous la forme [ROBO] :

$$\sigma_{HEL} = Y_0 \cdot \left( \frac{1-\nu}{1-2\nu} \right) \quad (\text{Eq. I.19})$$

avec  $Y_0$  la limite d'élasticité en traction simple dynamique, dépendant de la vitesse de déformation. Sa valeur correspond usuellement à celle de l'essai statique multiplié par un facteur 1,5 à 2 [LSHD80].

#### b. Célérité longitudinale

Si l'on considère une onde de compression longitudinale, l'équation bilan de la quantité de mouvement selon l'axe de propagation s'écrit, compte tenu du fait que  $\sigma_{xx} = \frac{3\lambda\varepsilon_{xx}}{3} + 2\mu\varepsilon_{xx}$  (Eq. I.20):

$$\rho_0 \cdot \frac{\partial^2 l}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} = (\lambda + 2\mu) \frac{\partial \varepsilon_{xx}}{\partial x} \quad (\text{Eq. I.21})$$

D'où, en dérivant par rapport à  $x$ , on obtient une équation d'onde classique dont la célérité est :

$$c_l = \left( \frac{\lambda + 2\mu}{\rho_0} \right)^{1/2} \geq c_0 \quad (\text{Eq. I.22})$$

L'onde « précurseur » élastique qui se propage à cette vitesse, creuse donc au fur et à mesure l'écart avec l'onde plastique dont la célérité est  $C_0$ .

### 2.2.2.3. Représentations graphiques et résolution des équations

#### a. Courbe d'Hugoniot et polaire de choc

Les diagrammes évoqués dans le modèle précédent sont légèrement modifiés. Les pentes des droites de Rayleigh, des courbes d'Hugoniot et des polaires de chocs restent identiques au modèle précédent ; seul leur point de départ est modifié. En effet, lors de la déformation plastique l'état initial n'est plus l'état au repos du matériau mais son état déformé élastiquement. Sur les diagrammes  $(\sigma, V)$  et  $(\sigma, U)$ , ce point a pour ordonnée  $\sigma_{HEL}$  (Figure I-9). Cette contrainte induit trois modes de propagation des chocs dans le matériau.

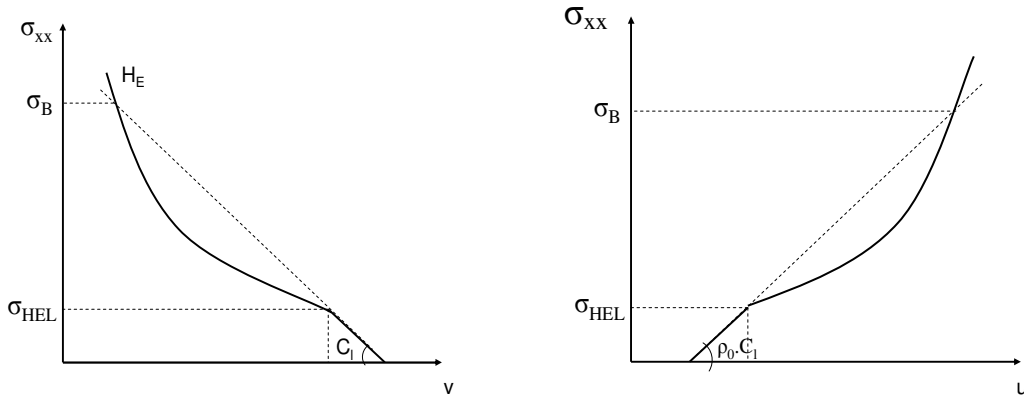


Figure I-9 : Diagrammes  $(\sigma, V)$  et  $(\sigma, U)$  dans le cas d'un comportement élasto-plastique

Si la contrainte appliquée est inférieure à la valeur de  $\sigma_{HEL}$ , il ne se propagera dans le matériau qu'une onde de choc élastique de célérité  $C_l$ .

Si la contrainte est comprise entre la valeur de  $\sigma_{HEL}$  et la valeur indiquée par le croisement de la courbe d'Hugoniot avec le prolongement de la droite représentant la déformation élastique ( $\sigma_B$ ), deux ondes se propageront alors. La première sera de nature élastique, d'intensité  $\sigma_{HEL}$  et se propagera à la célérité  $C_l$ , et la seconde sera de nature plastique et se propagera moins vite, à la célérité  $D$  ( $\sim C_0$ ).

Si la contrainte imposée est supérieure à la valeur de  $\sigma_B$ , il ne se propagera qu'une onde de choc de nature plastique déferlant à la célérité  $D$ .

Les pentes des droites qui correspondent aux chocs élastiques sont déterminées par  $\frac{\partial p}{\partial v}$  ou  $\frac{\partial p}{\partial u}$ . Compte tenu de ce qui a été expliqué au paragraphe précédent, il vient :  $C_l = \left. \frac{\partial p}{\partial \rho} \right|_0$  et  $\rho_0 \cdot C_l = \left. \frac{\partial p}{\partial u} \right|_0$  (Eq. I.23 et I.24).

### b. Résolution des équations de conservation

La méthode de résolution de ce modèle est rigoureusement identique à celle du modèle précédent. Toutefois, la détente élastique est deux fois plus intense que sa compression. Cela peut être imagé par un ressort que l'on comprimerait d'une longueur  $l_0$ . Lors de sa détente, la déformation qu'il subirait serait alors  $2l_0$  du fait qu'il oscille autour de sa position d'équilibre. A la déformation plastique près, le matériau soumis à un choc subit le même type de sollicitation

#### 2.2.2.4. Amortissement élasto-plastique

Lorsque la pression hydrodynamique croît pendant l'application du choc, elle franchit la limite élastique d'Hugoniot  $\sigma_{HEL}$  et déforme plastiquement le matériau, comme vu précédemment. Lors de la détente, un faisceau d'ondes élastiques, dont la tête se propage également à la vitesse  $C_l$ , évolue en arrière du front de choc (Figure I-10). Dans les domaines de pression inférieure à quelques gigapascals, la tête de ce faisceau d'ondes est plus rapide que le choc principal, elle rattrape donc le choc en s'étalant et l'atténue. Ce phénomène s'appelle l'amortissement élasto-plastique. Il vient s'ajouter à l'amortissement hydrodynamique, atténuant d'autant plus l'onde de choc :

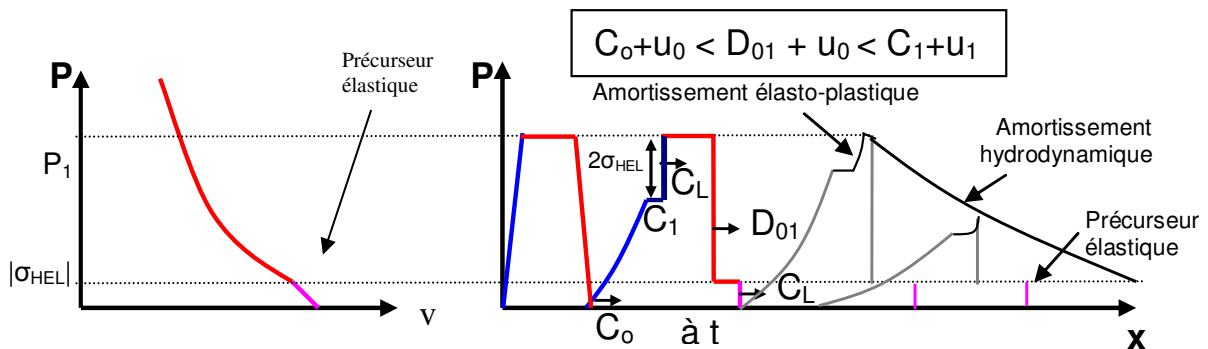


Figure I-10 : Propagation et atténuation hydrodynamique de l'onde de choc élasto-plastique

## 2.3. Principe de l'essai d'adhérence par choc laser

Par le jeu de l'interaction des ondes générées et de la géométrie des matériaux éprouvés, une sollicitation est imposée à l'interface entre le substrat et le revêtement lors de l'essai d'adhérence par choc laser. De la traction pure ou du cisaillement pur peuvent ainsi être induits pour déterminer le niveau d'adhérence [HU06] ou encore le niveau de contraintes résiduelles [IKED06]. Puis, par la détermination du niveau de contrainte appliqué et la détection de l'endommagement à l'interface, le seuil d'adhérence peut être estimé. Les moyens mis en œuvres pour l'analyse de l'endommagement et du niveau de contrainte dépendent toutefois des



applications et de l'épaisseur du revêtement. Dans cette étude, seule la sollicitation en traction sera utilisée pour étudier les particules projetées par cold spray.

### 2.3.1. Mécanismes de sollicitation en traction

Il est possible de créer une traction dans un matériau massif [COTT88] [BOUS07] ou dans une succession de couches, minces [SHIM08] ou épaisses [ARRI06]. Si la traction est suffisamment intense, i.e. si elle est supérieure à la contrainte à la rupture du matériau en dynamique, pendant un laps de temps suffisant, l'endommagement apparaît [KANE03] [BOUS07]. Cette onde de traction est la conséquence du croisement de deux ondes de détente. Il existe trois manières de générer cette zone de traction : par la détente qui suit le choc en face avant (dite traction principale), par les réflexions dans les matériaux (ou tractions secondaires), ou par effets 2D (dite traction 2D).

#### 2.3.1.1. Traction principale

La traction principale est générée près de la face arrière du matériau. Ce mécanisme de formation de traction a également lieu à l'interface entre deux matériaux lorsque l'impédance acoustique du substrat est supérieure à celle du revêtement ( $Z_A > Z_B$ ). Elle provient du croisement de la queue de détente du chargement laser et de la réflexion du front d'onde de choc principale sur la face arrière du matériau (Figure I-11).

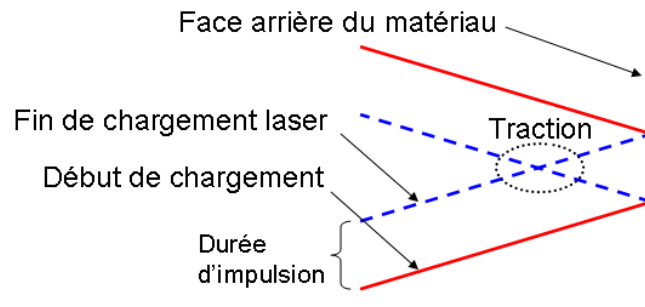


Figure I-11 : Extrait d'un diagramme (x,t) illustrant la formation de la traction principale

#### 2.3.1.2. Traction secondaire

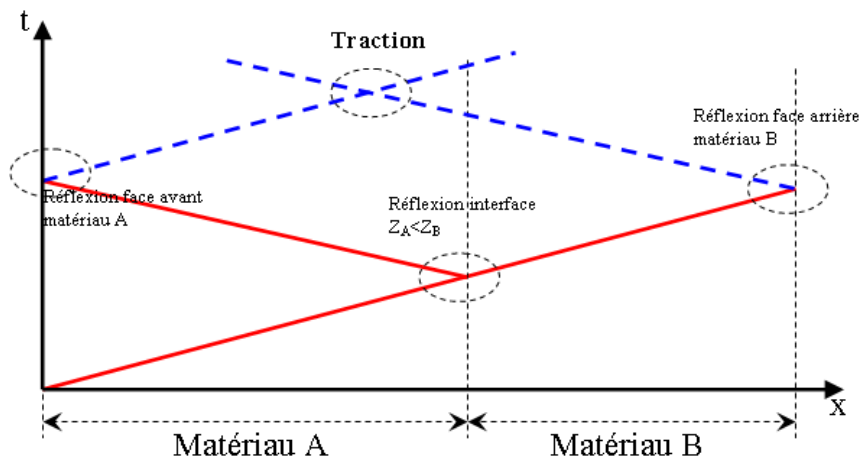


Figure I-12 : Diagramme (x,t) donnant le mécanisme de formation de la traction secondaire

La traction secondaire est généralement créée plus loin de la surface libre ou de l'interface et provient du croisement des réflexions multiples. Dans le cas d'un bicouche A/B, la première onde de choc sur la face arrière du matériau B se réfléchit en onde de détente et la réflexion de la première onde de choc sur l'interface produit une onde de choc se propageant vers la face avant du matériau A (si  $Z_A < Z_B$ ), qui va se réfléchir sur la face avant pour former une onde de détente qui se propagera dans le sens direct (Figure X). Ce type de traction n'est donc formé que sur les systèmes de matériaux pour lesquels  $Z_A > Z_B$  et sur les matériaux monolithiques (Figure I-12).

L'épaisseur des matériaux ou le temps de maintien du chargement laser peut être optimisé pour obtenir une traction primaire à la distance désirée de la face avant. Elle peut par exemple être localisée à l'interface entre les matériaux A et B (Figure I-13).

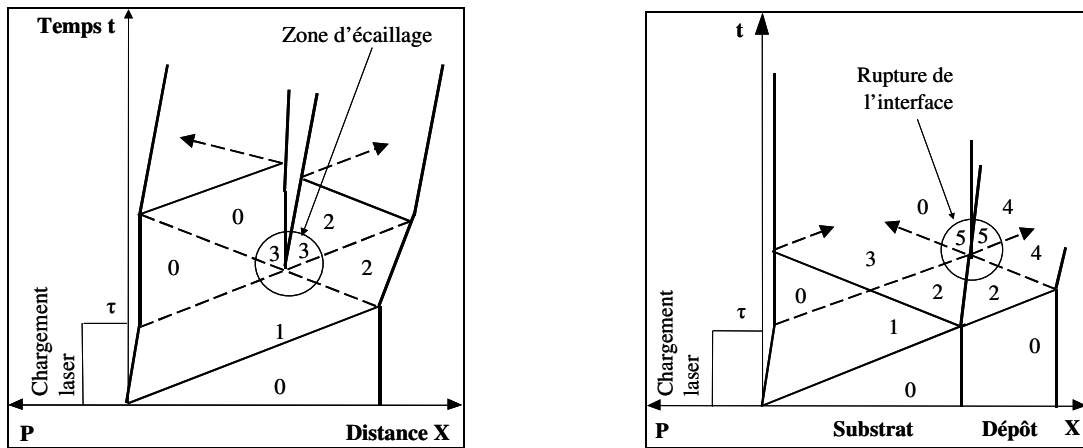


Figure I-13 : (a) Diagramme (x,t) avec endommagement dans un matériau monocouche et (b) à l'interface d'un bicouche

### 2.3.1.3. Traction engendrée par les effets 2D

La traction « 2 D » est générée sans utiliser les différences d'impédance. Le comportement des ondes de choc en deux dimensions, qui devient non négligeable lorsque l'épaisseur du substrat est au moins trois fois supérieur au rayon de la tache focale [LEV96] [LIAN08] [BOUS07], diffère donc des modèles monodimensionnels proposés précédemment. Bien que le chargement soit « unidimensionnel », il en est autrement pour la propagation des ondes; des propagations supplémentaires et de la traction apparaissent [BOUS07]. En effet, lorsque l'onde longitudinale se déplace dans les premiers instants, des ondes obliques se forment, propageant également l'onde transversalement. De plus, ces ondes de choc obliques engendrent des ondes de détente obliques qui, en se croisant, forment une poche de traction en aval de l'onde de choc plane principale (Figure I-14). Puis, cette zone de traction rattrape petit à petit l'onde de choc en tête et diminue de manière conséquente son amplitude [ROBO].

La traction obtenue par ce mécanisme s'avère très utile car elle peut être générée dans tout type de cible. Elle trouve son application dans l'étude de l'endommagement sous contraintes dynamiques de matériaux monolithiques massifs [BOUS07]. Néanmoins, là aussi, l'épaisseur des matériaux et le temps de maintien du choc peuvent être optimisés pour positionner le maximum de traction de façon judicieuse.

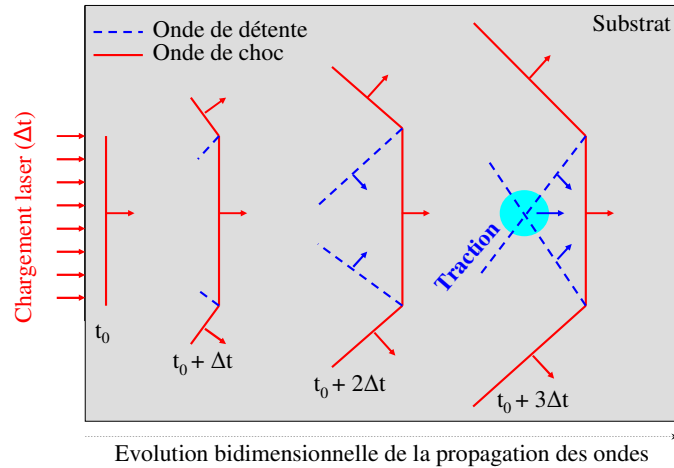


Figure I-14 : Schéma de la formation de la poche de traction générée par les effets bidimensionnels de la propagation des ondes de choc

### 2.3.2. Détermination du niveau de traction

Quelle que soit la manière de procéder, par calcul direct ou par modélisation numérique, la détermination du niveau de sollicitation généré à l'interface entre le revêtement et le substrat nécessite l'utilisation du système de mesure par interférométrie laser VISAR\*. Par effet Doppler, celui-ci détecte le mouvement d'une surface par modification de la fréquence du signal émis [BARK70] [BARK72] [WANG02] (cf. Chapitre 2, § 2.2.3).

#### 2.3.2.1. Calcul direct

La mesure de vitesse de face arrière, dite « surface libre », appliquée aux dépôts minces permet de déterminer directement le niveau de sollicitation généré à l'interface entre le substrat et le revêtement. En négligeant les gradients de contrainte et de vitesse dans la couche mince, l'application de la seconde loi de Newton aboutit, en effet, à [GUPT93] [WANG02] [LIAN08] :

$$\sigma_{\text{interface}} = -(\rho \cdot h)_{\text{revêtement}} \cdot \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (\text{Eq. I.25})$$

avec :

$\rho$ , la masse volumique du revêtement

$h$ , l'épaisseur du revêtement

$u$ , le déplacement de la face arrière (mesuré par le système VISAR\*)

La validité de cette hypothèse augmente donc lorsque le revêtement présente une épaisseur de plus en plus faible [LIAN08]. Dans le cas de particules de 10 $\mu\text{m}$  de diamètre projetées par cold spray, cette hypothèse ne peut être utilisée. Outre l'épaisseur, la géométrie des interfaces induira des gradients de contrainte et de vitesse. De plus, la sensibilité du système VISAR\* ne permet pas la détection du déplacement de la face arrière d'un objet de cette dimension (cf. Chapitre 2, § 3.2.2).

#### 2.3.2.2. Modélisation numérique

Avant la simplification décrite dans le paragraphe précédent, des simulations numériques de l'essai d'adhérence par choc laser étaient couplées aux mesures expérimentales par interférométrie laser afin d'estimer le niveau de sollicitation généré à l'interface [GUPT90] [GUPT92].

Parce que l'utilisation de la seconde loi de Newton n'est valide que pour les faibles épaisseurs de revêtement [WANG02], une méthode identique est réalisée pour estimer

l'intensité de ce paramètre dans le cas des revêtements plus épais, supérieurs à  $3\mu\text{m}$  [ARRI06] [BOUS07]. La vitesse de face arrière mesurée expérimentalement permet de calibrer les simulations, i.e. la sollicitation imposée en face avant, afin de s'assurer de la validité du niveau de traction calculé. Différents codes de calcul 1D, comme HUGO<sup>®</sup> [BOLI07] ou SHYLAC<sup>®</sup> [BOLI07], puis 2D, comme RADIOSS<sup>®</sup> [BOUS07] ou ABAQUS<sup>®</sup> [LIAN08], sont usuellement sélectionnés et peuvent être utilisés en fonction des applications.

### 2.3.3. Détection de l'endommagement

Afin d'évaluer le seuil d'adhérence des revêtements, l'endommagement des interfaces doit être détecté. En fonction de la nature des matériaux et de l'épaisseur des dépôts, les méthodes diffèrent pour déterminer l'endommagement.

#### 2.3.3.1. Observation post-opératoire

Dans le cas de revêtements minces, la formation de fissures le long de l'interface surélève le revêtement [HU06] et entraîne souvent un phénomène d'écaillage [WANG02]. L'endommagement provoqué par l'essai est par conséquent aisément détectable par observation post-opératoire, par microscopie optique [SHIM08] ou à balayage [WANG02].

#### 2.3.3.2. Interférométrie laser VISAR<sup>\*</sup>

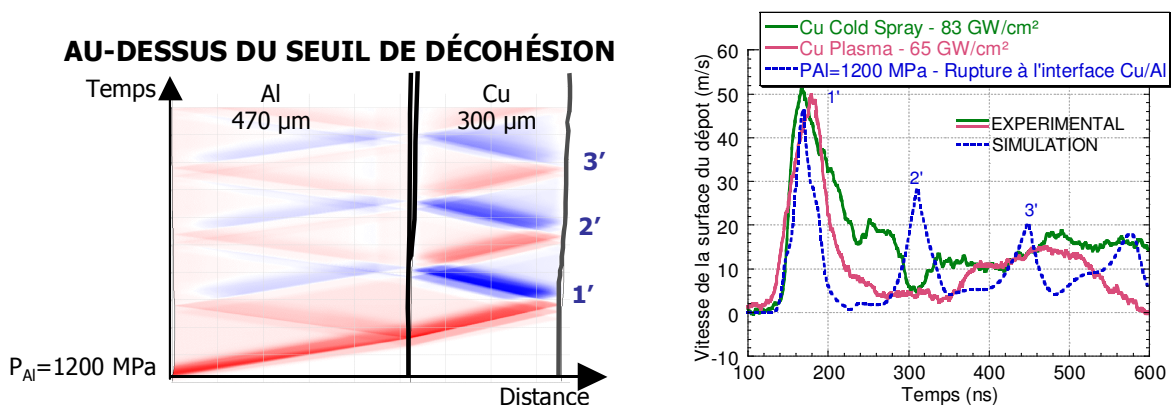


Figure I-15 : Principe de détection de l'endommagement à l'interface par interférométrie laser [BARR05]

Lors des essais d'adhérence sur des revêtements épais, il est difficile d'obtenir une visualisation directe des phénomènes se produisant en surface, ou en profondeur, sans une longue préparation post-opératoire en coupe. Cette dernière peut de plus altérer les résultats en accentuant la propagation et la dimension des fissures présentes. Pour pallier ce problème, il existe une méthode qui met en œuvre un interféromètre laser VISAR<sup>\*</sup> [ZHOU03] [GUPT95] pour la détermination du profil de vitesse matérielle de la face arrière de l'échantillon en fonction du temps (cf. § 5.3.2 et Chapitre 2, § 2.2.3). L'exploitation des résultats ainsi obtenus permet d'avoir accès au comportement des matériaux sous choc (endommagement, décollement à l'interface, décohésion au sein du revêtement, etc.). Ce dispositif a d'ailleurs fourni des résultats probants sur des revêtements élaborés par projection thermique [BARR04] [KOBA04]. Chaque pic de vitesse correspond à la mise en mouvement de la face arrière du revêtement par réflexion d'une onde de choc ou de détente sur cette dernière [THOU97] (Figure I-15). Dans le cas d'un matériau endommagé, la fréquence des réflexions sur la face arrière devient plus élevée et un rechargement dû aux réflexions sur le vide laissé entre les matériaux apparaît.

### 3. MISE EN VITESSE DES PROJECTILES

#### 3.1. Procédé cold spray

L'un des enjeux de cette étude est la compréhension des mécanismes d'adhérence qui surviennent lors d'impacts à grande vitesse. Afin d'être étudiées, des particules de cuivre ont donc été projetées par cold spray et collectées sur un substrat d'aluminium.

##### 3.1.1. Principe de la propulsion

Le principe du procédé de projection dynamique par gaz froid, nommé « cold spray », est d'accélérer aérodynamiquement des particules de poudre à l'état solide. Un gaz (Air, N<sub>2</sub> ou He) préalablement chauffé (de 200 à 600°C) et comprimé (de 0,5 à 3MPa) s'écoule à travers une tuyère afin d'être accéléré de manière supersonique (Figure I-16). Des particules de poudres à l'état solide sont injectées en amont de ce convergent – divergent pour être propulsées à des vitesses de 200 à 1200m.s<sup>-1</sup> [ALKI95] [STOL02] [STEE04] et projetées sur un substrat positionné en vis-à-vis. L'empilement des ces particules sur la cible aboutit à la formation d'un dépôt, alors que la collecte de quelques particules isolées écrasées sur la surface du substrat qui permet l'étude des particules élémentaires, ou « splats »\*.

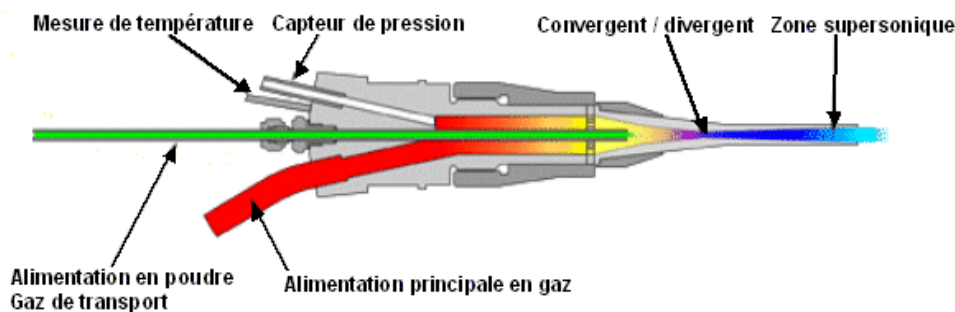


Figure I-16 : Schéma vu en coupe du pistolet cold spray

##### 3.1.2. Optimisation des conditions de projection

Afin d'optimiser la projection et ainsi obtenir l'adhérence la plus élevée et conférer les meilleures propriétés mécaniques et métallurgiques aux dépôts, de nombreuses études sur les différentes conditions de projection ont été menées. La vitesse d'impact, la température de préchauffage, la morphologie et l'angle d'impact, l'oxydation, la distance de projection, la nature du gaz propulseur, le diamètre des particules, sont autant de paramètres abordés.

###### 3.1.2.1. Vitesse critique

Contrairement à la majorité des techniques de projection thermique, le procédé cold spray autorise la formation de dépôts sans préchauffage significatif de la poudre [KREY06]. En revanche, il apparaît que les particules de poudre doivent atteindre une certaine vitesse critique pour adhérer au substrat [ALKI90] [STOL02] [RALE06]. Celle-ci correspondrait à l'apparition des instabilités adiabatiques le long de l'interface [SCHM06] [ASSA03]. En deçà, leur impact provoque la densification et l'abrasion du substrat. En revanche, au-delà, le rendement de

projection approche les 90% voire plus; initialement de 34% pour des particules de titane projetées à  $602\text{m.s}^{-1}$ , celle-ci atteint 94% pour des vitesses de  $660\text{m.s}^{-1}$  [WONG09]. Toutefois, dans la bibliographie, ce seuil critique d'adhérence pour des particules de cuivre peut différer, selon les études, de 10 à 56%. Cet écart serait provoqué par le taux d'oxydation de la surface des particules [LI07].

Certaines études ont atteint l'objectif de réduire la vitesse critique en analysant les effets de la température de préchauffage des particules [DYKH03] [SCHM06] ou du substrat par passage du pistolet au-dessus du substrat [SAKA04] [FUKU07], de l'angle d'impact [OKA03] [LI05] [GANG07], ainsi que de leur oxydation [LI07-1] [KANG07] [LI09]. L'élévation de la température, le caractère anguleux des particules ainsi que la propreté des surfaces de contact favorisent l'accroche des particules et peuvent abaisser la vitesse critique, de  $610$  à  $300\text{m.s}^{-1}$  pour des particules de cuivre non oxydées projetées sur un substrat de cuivre [LI09]. De surcroît, plus la couche d'oxyde est épaisse, moins l'influence de la nature du matériau projeté est visible [LI09].

### 3.1.2.2. Augmentation de la vitesse d'impact

La vitesse joue donc un rôle majeur dans l'efficacité de la projection cold spray. Par conséquent, la démarche générale a été d'optimiser les paramètres précédemment explicités afin d'atteindre les vitesses d'impact les plus élevées. La distance de projection peut, par exemple, être déterminée de manière à ce que l'interaction gaz – substrat (cf. § 3.1.3) soit la moins décélétratrice possible. Pour des conditions de gaz propulseur de  $0,62\text{MPa}$  /  $500^{\circ}\text{C}$ , une distance de  $10\text{mm}$  a été estimée par simulation numérique [SAMA07]. L'influence de la pression et la température du gaz propulseur sur sa vitesse en sortie de pistolet [FUKU07] [DYKH03] ainsi que celle du diamètre [DYKH03] ou de la morphologie [FUKA06-1] des particules sur leur propulsion peuvent également être analysées. Ainsi, plus les particules sont petites ou anguleuses, plus elles acquièrent des vitesses de projection élevées.

### 3.1.2.3. Amélioration des propriétés des revêtements

L'une des propriétés principales à conférer aux revêtements est une adhérence de bonne qualité, appréciable lors de la projection par le rendement de dépôt ou, après projection, par des essais mécaniques d'adhérence. Le niveau d'adhérence des dépôts est amélioré par augmentation de la pression [TRIA08] ou de la température de préchauffage du gaz propulseur [SCHM06], par post-traitement thermique de la pièce obtenue [MÄKI07] [GÄRT06] ou diminution de la dureté du substrat [MÄKI07]. De plus, la sensibilité aux paramètres de projection semble être la plus élevée lors de l'utilisation de particules fines [KAIR06]. En effet, plus les conditions de projection sont sévères, plus les particules pénètrent profondément dans le substrat, notamment lorsque la dureté de ce dernier se révèle inférieure à celle des particules. Les zones de décohésion persistantes dans le dépôt après projection peuvent ensuite être diminuées par post-traitement, réduisant ainsi les potentiels sites d'amorçage de fissures. La densité du revêtement se trouve également améliorée. Ce post-traitement peut s'appliquer lors des passages successifs du pistolet au-dessus du substrat lors du dépôt des différentes couches du dépôt [TRIA08]. La dureté près de la zone interfaciale diminue également.

En fonction des applications, la dureté du revêtement peut se révéler être un autre point essentiel à contrôler. Si le traitement thermique pendant [TRIA08] ou après [GÄRT06] la projection ou de manière post-opératoire relaxe les contraintes et adoucit les matériaux, la dureté post-projection semble principalement dépendre de la dureté initiale de la poudre, et par conséquent à la taille des particules [KAIR06]. La modification des conditions de projection n'influence pas considérablement ce paramètre. Certaines études ont été menées à plus fine

échelle afin de déterminer les causes de cette élévation de dureté. L'intense déformation provoque, le long de l'interface entre la particule et le substrat, l'apparition de microbandes orientées selon la zone interfaciale [LI04]. Dans cette zone, la dimension des grains diminue et par conséquent, la dureté locale augmente.

### 3.1.3. Interaction gaz / matière

La décélération brutale du jet supersonique vers des vitesses subsoniques au voisinage du substrat provoque une perturbation dans le jet. Une zone de compression (à haute pression et densité) est alors générée, altérant ainsi la mise en vitesse des particules les plus fines [ALKI 01]. L'interface entre le jet supersonique et cette zone de compression est, par conséquent, marquée par une onde de choc à travers laquelle le flux gazeux ne peut plus être considéré comme isentropique [JODO01].

De nombreuses visualisations par ombroscopie ont été réalisées à travers les différentes études. Ainsi, les sauts de densité, nommés ondes de choc, ont été détectés [PATT07] [MORG04]. Le jet cold spray se décompose en trois régions remarquables [GURJ04] (Figure I-17). Celle située en amont de l'onde de choc sphérique correspond à la zone libre du jet et présente des chocs obliques en « diamant » [DONA71]. La zone d'impact du jet sur le substrat nommée « zone de recirculation », dont les dimensions diminuent lorsque la distance de projection augmente [PATT07], présente de forts gradients de vitesse. Enfin, la région radiale autorise l'évacuation du gaz par un écoulement turbulent.

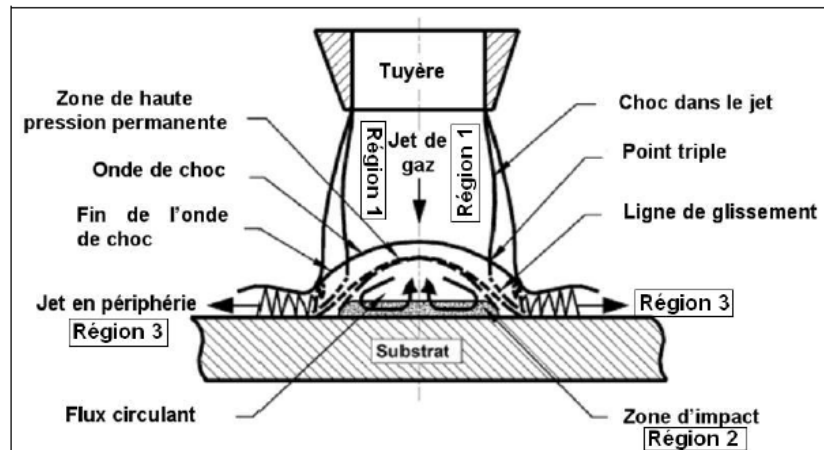


Figure I-17 : Schéma en coupe du jet de gaz cold spray et de sa zone d'interaction avec le substrat [GRUJ04]

Le passage par l'onde de choc qui délimite la zone de recirculation induit une décélération des particules [ALKI 01]. Celle-ci sera d'autant plus grande que la particule sera fine et que la région à traverser sera de grande dimension. En effet, cette chute de vitesse est définie par la relation [GURJ04] :

$$\frac{u_p^{impact}}{u_p} = \exp\left(\frac{-3 \cdot \rho^{st} \cdot L^{st}}{4 \cdot \rho_p \cdot \phi_p}\right) \quad (\text{Eq. I.26})$$

avec :

$u_p$ , la vitesse de la particule avant la zone de décélération

$u_p^{impact}$ , la vitesse d'impact de la particule

$\rho_p$ , la masse volumique de la particule

$\Phi_p$ , le diamètre de la particule

$\rho_{st}$ , la masse volumique du fluide dans la zone de haute pression

$L_{st}$ , l'épaisseur de la zone de recirculation

### 3.1.4. Simulation numérique du procédé

Afin d'optimiser les conditions de projection et de comprendre l'influence des différents paramètres sur les conditions d'impact, les deux grandes étapes du procédé cold spray ont été modélisées numériquement. La simulation de l'écoulement a ainsi permis d'appréhender la phase d'accélération et celle de l'impact des particules d'envisager les mécanismes d'adhérence.

#### 3.1.4.1. Modélisation de l'écoulement gazeux

La modélisation numérique de l'écoulement du gaz à travers la tuyère et son impact sur le substrat représente l'un des outils largement utilisés pour la détermination des conditions d'impact des particules (cf. § 4.1) [JODO05] [PATT07]. A travers la théorie 1D isentropique [DYKH98] [OUZI01] [SAKA01] ou la modélisation numérique bidimensionnelle [KATA07] [JODO05], la vitesse et la température du fluide en tout point du jet ou la morphologie de l'écoulement gazeux ont été calculées. Ainsi, la prise en compte des interactions entre le gaz et la matière a permis l'estimation de la vitesse d'envol des particules [KLIN08] (avec une erreur inférieure à 5% par rapport à la mesure [JODO05]), de leur vitesse d'impact et de leur température avant impact. Avec une vitesse d'envol supérieure à  $600\text{m.s}^{-1}$  [HELF06], les particules dont le diamètre est supérieur à  $10\mu\text{m}$  ne semblent que peu affectées par la décélération aérodynamique dans la zone de recirculation [PATT07]. En revanche, la poudre acquiert une température supérieure à  $200^\circ\text{C}$  durant la traversée du système [KLIN08] [LI06].

Par modification des grandeurs d'entrée des simulations numériques, physiques ou géométriques, la distance de projection, difficile à prédire, a été optimisée pour des conditions de pression et de température données.

#### 3.1.4.2. Modélisation de l'impact des particules

La modélisation de l'impact des particules sur le substrat représente le principal outil pour la détermination et la compréhension des mécanismes d'adhérence qui se produisent aux interfaces durant l'élaboration d'un revêtement. Les études menées s'orientent généralement vers des codes de calculs industriels par éléments finis tels que LS-DYNA® [LI07] [LI09-2] ou la version explicite d'ABAQUS® [KREY06] [LI09-2] et utilisent usuellement des modèles de plasticité de type Johnson-Cook (cf. Chapitre 2, § 4.2) [LI06-2], parfois modifiés [RULE97] [MISH08], pour décrire le comportement des matériaux.

Dans la bibliographie, l'adhérence d'une particule projetée par cold spray est généralement possible par ancrage mécanique, mise en contact de surfaces propres et lorsque le phénomène de fusion se produit localement le long de l'interface (cf. § 3.1.5.1). A travers les simulations numériques, la déformation, la morphologie finale et la durée d'interaction sont donc estimées en fonction des matériaux mis en contact et de la vitesse d'impact.

Pour les particules de cuivre dont le diamètre est inférieur à  $50\mu\text{m}$ , le temps de contact, qui croît avec le diamètre, reste inférieur à 80ns [PAPY02].

La détermination de la morphologie finale des matériaux indique le niveau d'ancrage mécanique responsable de l'adhérence.

La déformation plastique dans la zone interfaciale renseigne, d'une part, sur le devenir de la couche d'oxyde au comportement fragile qui peut se craqueler, autorisant alors le contact de surface « fraîches » et favorisant l'adhérence [LI06-2]. En effet, lors de l'étirement de la surface de contact, cette couche d'oxyde ne peut subir les grandes déformations sans se briser, laissant localement apparaître des zones sans oxyde donc réactives. D'ailleurs, certaines études prennent en considération cette couche initialement présente à la surface des matériaux et



mettent en évidence l'influence de son endommagement sur la morphologie finale ou l'adhérence de la particule [LI07]. D'autre part, à travers l'énergie plastique dissipée sous forme de chaleur [KIM00] et la formation de bandes d'instabilités adiabatiques [GRUJ04], le calcul de la déformation plastique permet l'estimation de l'augmentation de température provoquée par l'impact. Il semblerait que ce cisaillement adiabatique soit indissociable du phénomène d'adhérence des particules [ASSA03] [SCHM06] [KREY06] (cf. § 3.1.5.1).

### 3.1.5. Mécanismes d'adhérence

L'adhérence des revêtements générés par cold spray reste l'un des points faisant l'objet d'une attention particulière, puisque la qualité de ce paramètre est synonyme de fiabilité des pièces obtenues. Plusieurs analogies ont été avancées par les auteurs pour décrire les mécanismes responsables de l'adhérence des splats\*, introduits au paragraphe 3.1.4.2, ainsi que des dépôts.

#### 3.1.5.1. Adhérence des particules

A l'échelle de la particule, l'équivalence avec le soudage par explosion [GRUJ04], ou la « compaction dynamique » [SCHM04], n'a été que récemment établie, corroborée par les simulations numériques d'impact de particules (cf. § 1.1.4) [CHAN04] [LI07] [KREY06] [SCHM06]. Cette technique nécessite, outre une vitesse minimale similaire à celle établie en cold spray (cf. § 1.1.2.1) [CROS82], que le matériau mis en vitesse forme un angle d'impact avec le substrat. La friction et la sévère déformation, plastique puis visqueuse, sont alors à l'origine de l'élévation de température locale. Ainsi, de la matière à l'état solide est éjectée du fond vers les bords du cratère puis la couche d'oxyde initialement présente sur les matériaux se fracture et autorise le contact de surfaces « propres » (cf. § 3.1.4.2) [LI07] [FUKU09]. Lorsque la température atteinte et, par conséquent, la vitesse d'impact, sont suffisantes pour atteindre la fusion locale de l'interface, des phases intermédiaires peuvent être observées [KACA03] [THOM93] [CROS82]. Tout comme celles observées en compaction dynamique lorsque la pression est suffisante [MAMA01], elles ne sont pas désignées comme étant directement responsables de l'adhérence. Toutefois, de moins en moins d'auteurs considèrent que l'ancrage mécanique peut, à lui seul, expliquer l'adhérence des particules.

Le passage du comportement plastique à visqueux correspond au phénomène de cisaillement adiabatique. Ce dernier semble désormais indissociable de l'adhérence des particules au substrat [ALKI02] [KREY06] [SCHM06]. Toutefois, le type de liaison effectivement formée durant l'impact n'a pas été mis en évidence [XION05] [LI06-2]. Il paraît peu concevable que des interactions métallurgiques puissent survenir phénomène de fusion transitoire à l'interface [GRUJ04], pendant des durées inférieures à la centaine de nanosecondes. C'est la raison pour laquelle la simulation numérique est principalement utilisée pour tenter de percer les phénomènes prédominants responsables de l'adhérence d'une particule.

Malgré l'éjection de matière solide induite par le cisaillement adiabatique, certaines études indiquent que les premières particules de cuivre peuvent adhérer au substrat principalement parce qu'elles sont piégées dans des cratères dont la cavité est plus large à la base qu'à la surface [KING08] [GRUJ03]. Malgré une vitesse d'impact élevée, de l'ordre de  $1000\text{m.s}^{-1}$ , et une température de fusion atteinte numériquement [ALKI02], l'interface est entièrement sans cohésion.

### 3.1.5.2. Adhérence des dépôts

L'adhérence d'un dépôt est, en partie, expliquée par des phénomènes similaires à ceux du soudage par explosion [DYKH99] [GRUJ03]. D'autres auteurs attribuent le maintien du dépôt aux effets, sur l'interface, de l'impact successif des particules provenant des différentes strates du revêtement [STOL02-2] [VAN02]. L'impact successif des particules lors des différents passages provoquerait des chocs répétés qui se propageraient de la surface jusqu'à l'interface pour souder les particules entre elles et au substrat sans pour cela que le mécanisme en soit explicité. L'adhérence induite par ce phénomène pourrait être amplifiée par un traitement thermique, en cours de projection, induit par les passages à répétition du pistolet cold spray [TRIA08].

Des études en transmission à travers l'interface ont révélé la présence d'interactions métallurgiques entre le cuivre et l'aluminium [HUSS09]. Des zones composées d'une succession d'intermétalliques et d'autres présentant une phase eutectique ont été identifiées (cf. § 5.2.2) [BARR05] [BARR07]. Ces régions interfaciales ont certainement subi un traitement mécanique par l'impact successif des particules des couches supérieures ainsi qu'un traitement thermique par passages successifs du pistolet. Néanmoins, les composés intermédiaires sont majoritairement responsables de l'adhérence du dépôt. Le procédé cold spray a de plus été placé dans un graphique reliant les mécanismes survenant lors de l'impact à la vitesse et à l'angle d'impact [BARR07], classique pour le soudage par explosion. Ainsi, les procédés ont été mis en regard.

L'objectif de cette étude sera donc d'appliquer ce type d'analyses à des interfaces élémentaires, entre une particule isolée et le substrat, afin de mettre en avant les interactions qui surviennent durant l'impact. L'influence des conditions d'impact sur leur développement renseignera sur leurs origines et leurs conséquences sur l'adhérence.

## 3.2. Plaquage d'écaille par choc laser

Afin d'étudier l'influence de la température de préchauffage sur les phénomènes qui se produisent le long de l'interface durant l'impact, un procédé permettant le contrôle de ce paramètre a été utilisé. L'accélération de matière par choc laser permet en effet de simuler expérimentalement le procédé cold spray [BOUS96-2]. L'utilisation du « F-LASAT\* », accélération de plaque par choc laser, a ainsi pu être utilisée afin d'étudier l'effet de l'oxydation de surface [BARR05]. Le phénomène d'écailage d'un matériau massif, connu depuis une vingtaine d'années [COTT88], peut également devenir source de projectile.

### 3.2.1. Envol de plaque par choc laser

Le principe du procédé d'accélération de plaque par choc laser est d'irradier la face avant d'une plaque mince, de  $100\text{mm}^2$  et d'environ  $100\mu\text{m}$  d'épaisseur, afin de la mettre en vitesse et de la projeter sur un substrat positionné en vis-à-vis, à quelques millimètres [BARR07] [ICHI07] (Figure I-18). Avant le choc laser, la plaque-projectile adhère au support via de la graisse à vide préalablement déposée. Cette dernière permet également de contenir le confinement eau utilisé pour atteindre des vitesses élevées, supérieures à  $800\text{m.s}^{-1}$ .

L'utilisation de ce procédé avec le couple Cu/Al a permis de mettre en évidence la formation de composés intermétalliques dans des conditions hors d'équilibre (cf. § 5.2.2).

Cette technique est toutefois limitée par l'épaisseur des plaques qui peuvent se désagréger si la sollicitation par irradiation s'avère trop importante. Ce problème n'apparaît cependant pas lors de la génération d'écaille par choc laser.

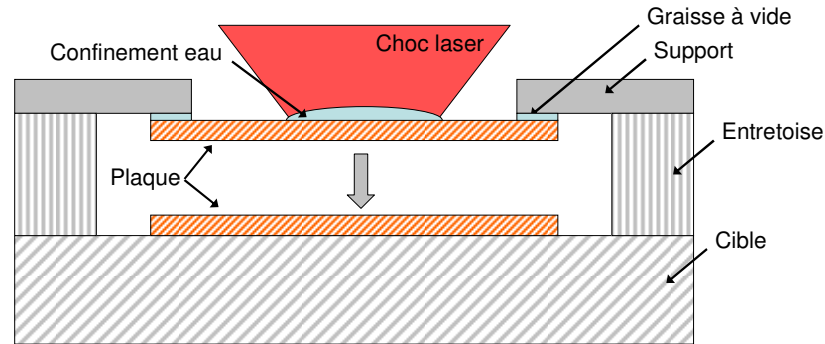


Figure I-18 : Principe de l'essai d'envol de plaque par choc laser

### 3.2.2. Envol d'écaille par choc laser

Le principe du procédé d'écailage par choc laser est de générer une écaille, d'épaisseur choisie, dans un matériau massif, d'environ 100mm<sup>2</sup> et de 200μm d'épaisseur, afin qu'elle soit projetée sur un substrat positionné en vis-à-vis. Ce phénomène a initialement été observé avec des lasers dont la durée d'impulsion était de l'ordre de la nanoseconde [COTT88], puis de l'ordre de la femtoseconde [TAMU01]. L'impulsion laser génère la propagation d'un choc immédiatement suivi d'une onde de détente. La traction dite « principale » (cf. § 2.3.1.1) induite à quelques dizaines de micron de la face arrière endommage le matériau. L'écaille est ainsi réalisée et les ondes continuent alors de se propager, indépendamment dans les deux parties. Celles présentes dans l'écaille conservent sa vitesse matérielle, les autres freinent et arrêtent le matériau massif. Le différentiel autorise finalement l'impact de l'écaille sur le substrat (Figure I-19).

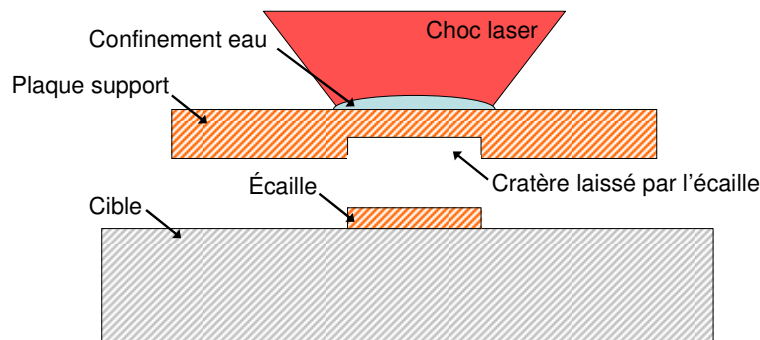


Figure I-19 : Principe de l'essai de plaquage d'écaille par choc laser

L'épaisseur de l'écaille générée peut être estimée, par la théorie unidimensionnelle isentropique (cf. § 2.2), en fonction de l'épaisseur du matériau massif, de ses caractéristiques sous choc et de la durée d'impulsion du laser utilisé. Ce paramètre s'exprime alors :

$$e_{écaille} = \frac{c - u_1}{2c} \left[ c\tau + \left( 1 - \frac{c + u_1}{D} \right) L \right] \quad (\text{Eq. I.27})$$

avec :

- $c$ , la célérité dans le matériau
- $u_1$ , la vitesse matérielle du matériau après passage de l'onde de choc
- $\tau$ , la durée d'impulsion du laser
- $D$ , la vitesse de l'onde de choc principale
- $L$ , l'épaisseur du matériau massif sollicité

Comparativement à l'envol de plaque par choc laser, le projectile ne subit que peu de déformation plastique. L'écaïlle peut donc atteindre de faibles épaisseurs sans se désagréger et l'élévation de sa température par restitution de l'énergie plastique de déformation est alors limitée.

## 4. DETERMINATION DES CONDITIONS D'IMPACT

Outre le taux d'oxydation et l'épaisseur de la couche d'oxyde des surfaces mises en contact (cf. § 3.1.2.1), la vitesse d'impact et la température atteinte par la particule et le substrat avant impact sont deux paramètres essentiels à prendre en compte [KATA07] pour la compréhension de l'adhérence. Ainsi, modélisations numériques et dispositifs expérimentaux sont de plus en plus développés afin d'accéder à l'évolution de ces grandeurs.

### 4.1. Par modélisation numérique

La théorie isentropique unidimensionnelle [DYKH98] [SAKA01] [JODO02] a initialement permis d'étudier l'écoulement du jet de gaz à travers la tuyère (cf. § 3.1.4.1). Ainsi, par des modèles d'écoulement de fluide non visqueux [OUZI01], la vitesse et la température du gaz ont pu être estimées en tout point de l'axe en fonction des conditions de projection. Puis, à travers des équations de transfert de quantité de mouvement, la vitesse des particules en a été déduite [DYKH98] [ALKI01] [DYKH03]. Par la suite, l'utilisation de programmes de dynamique des fluides, tel que Fluent<sup>®</sup>, dans une configuration 1D a facilité l'analyse du comportement du jet libre en aval de la tuyère [STOL01]. Via des équations de transfert de chaleur et de quantité de mouvement, la vitesse et la température du gaz et de la particule ont ainsi été accessibles en tout point de l'axe de jet. L'interaction fluide-matière entre le jet et le substrat a par la suite été mise en évidence et prise en compte dans le calcul de ces paramètres [GRUJ04], proposant ainsi l'estimation de la vitesse et de la température d'impact des particules en fonction de leur diamètre et des conditions de projection.

Le développement du calcul de fluides dynamiques (« Computational Fluid Dynamics », CFD) a, par la suite, permis la modélisation convenablement représentative d'un écoulement biphasique 1D ou 2D [GILM99] [JODO02] [JODO05]. Les interactions des particules avec le gaz propulseur et ce dernier avec le substrat ont de ce fait été prises en compte. Ainsi, des études paramétriques ont été menées en fonction des conditions de compression et de chauffage du gaz [STOL02-2] [GRUJ04], de la géométrie de la tuyère [SAMA08] [ZAH08] [LI07-2], de la distance de projection [LI08], de la dimension des particules [GRUJ04] et de leur taux d'injection. Par exemple, l'augmentation de la quantité de poudre injectée, de 1 à 3g.s<sup>-1</sup>, diminue d'environ 10% la vitesse des particules de cuivre en sortie de tuyère [SAMA08] (Figure I-20).

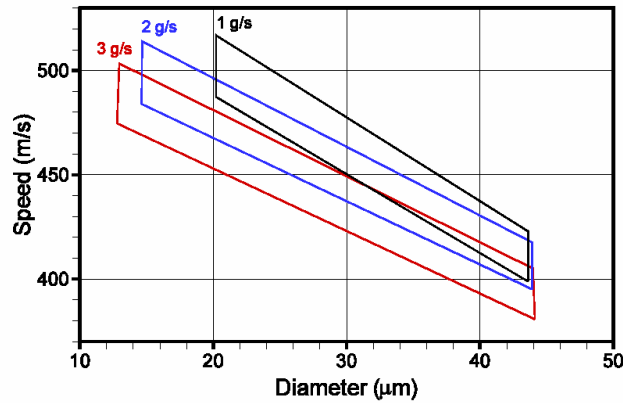


Figure I-20 : Vitesse des particules calculée en fonction de leur diamètre pour différents débits de poudre

Lorsque l'interaction entre les particules est négligée, le réchauffement des particules s'effectue uniquement par transfert thermique avec le gaz, i.e. par convection. L'équation de la chaleur appliquée aux particules présentes dans le fluide permet ainsi l'estimation de leur température en tout point de l'axe du jet cold spray. En considérant ce paramètre uniforme dans la particule, i.e. un nombre de Biot\* inférieur à 0,1, l'équation s'écrit [KATA07] :

$$m_p \cdot C_p \cdot \frac{dT_p}{dx} = h \cdot (T_g - T_p) \cdot A_s \quad (\text{Eq. I.28})$$

avec

$m_p$ , la masse de la particule  
 $C_p$ , la chaleur spécifique du matériau  
 $T_g$ , la température du gaz  
 $T_p$ , la température de la particule supposée uniforme  
 $A_s$ , la surface de contact avec le fluide  
 $h$ , le coefficient d'échange convectif

La valeur du coefficient d'échange convectif  $h$  dépend de la turbulence de l'écoulement, décrit par le nombre de Reynolds  $Re$ , et du rapport des diffusions mécaniques et thermiques, décrit par le nombre de Prandtl  $Pr$ . Ces deux quantités, calculées numériquement, interviennent à travers l'expression du nombre de Nusselt  $Nu$ , rapport du transfert de chaleur par convection et de celui d'une conduction pure, dans le terme de convection.

Par la définition de grandeurs adimensionnées, la température et la vitesse des particules ont pu être calculées en fonction du diamètre et du matériau considéré [KATA07]. Ainsi, en considérant un faible taux d'injection, l'évolution de ces paramètres pour des particules de cuivre a ici été analysée pour des conditions de projection de 3MPa et 300°C, à 10mm en aval de la tuyère, sans substrat modélisé en vis-à-vis (Tableau I-1). Un minimum de température et un maximum de vitesse pour un diamètre de 3μm ont été mis en évidence. De part et d'autre de cette valeur, les particules circulent moins vite et voient ainsi leur température augmenter.

Diamètre de particule	Température avant impact	Vitesse avant impact
10μm	27°C	620m.s <sup>-1</sup>
20μm	87°C	560m.s <sup>-1</sup>
60μm	> 190°C	400m.s <sup>-1</sup>

Tableau I-1 : Température et vitesse des particules de cuivre calculées en fonction de leur diamètre pour des conditions de projection de 3MPa et 300°C

## 4.2. Par mesure expérimentale

### 4.2.1. Vitesse de projection

Bien que de nouvelles techniques telles que le « PSI (Particle Shape Imaging) » [ZIMM08] ou le « ColdsprayMeter » commencent à se développer, les deux principaux outils de métrologie in situ les plus courants restent les systèmes « SprayWatch » [RALE06] et DPV-2000 [HUAN06].

Le premier, développé par la société OSEIR, associe une caméra CCD rapide à une diode laser pulsée. Le capteur de la caméra possède  $1280 \times 1024$  pixels<sup>2</sup> et sa vitesse d'obturation varie entre 100ns et 10ms [VAT01]. Il est ainsi possible d'enregistrer 7 images par seconde. Avec une puissance maximale de 160W, la diode génère des impulsions dont la fréquence atteint 10Hz et dont la durée varie entre 50 et 2000ns [LARJ03]. Sur un cliché, trois impulsions éclairent une même particule à différents instants. La vitesse de cette dernière peut ainsi être déduite par mesure de la distance parcourue.

Des particules de nickel de 10 à 30µm de diamètre ont été soumises à ces mesures sous des conditions de projection de 2MPa et 400°C, entre 16 et 32mm après la sortie de la tuyère [RALE05]. Les particules circulent avec une vitesse moyenne de  $570 \text{ m.s}^{-1}$ . Puisque le cuivre possède une densité proche du nickel et que le coefficient de poussée ne dépend que de ce paramètre métallurgique, les particules projetées dont il est question dans la suite de ce mémoire devraient atteindre des vitesses comparables. L'utilisation de ce système a mis en évidence une variation de 20% de la vitesse de projection des particules entre le centre du jet et sa périphérie. De plus, l'influence de la présence du substrat a été prouvée : sous des conditions de projection de 2MPa et 400°C, la vitesse a chuté de 570 à  $510 \text{ m.s}^{-1}$  en présence d'un substrat positionné à 30mm de la sortie de la tuyère. Dans ces conditions, des particules de cuivre projetées sous 3MPa et 600°C devraient présenter une vitesse d'impact moyenne supérieure à  $600 \text{ m.s}^{-1}$ . Dans cette étude, des expériences seront toutefois menées afin de réévaluer la vitesse d'impact des particules de cuivre projetées.

La seconde dérive d'une technique développée dans les années 80 pour la projection plasma, qui mesure de la vitesse et de la température des particules par analyse des radiations thermiques détectées [LYAG85]. Le système DPV-2000, développé par la société TECNAR Automation, est fondé sur un principe similaire [MORE94]. La première version utilisée pour les techniques de projection plasma [MORE95] et HVOF [KURO01] a dû être modifiée en raison de la faible intensité de radiations émises par les particules projetées par cold spray. Equipé d'une puissante diode laser, le DPV-2000 permet d'illuminer suffisamment les particules pour qu'elles soient détectées par le capteur. Si la vitesse des particules peut ainsi être mesurée, les mesures de température sont, en revanche, à ce jour, impossible à cause de la faible émissivité des particules par rapport à celle du gaz. Toutefois, pour y parvenir, de nouvelles méthodes sont en cours de recherche [PLAN09].

De nombreuses études ont été réalisées afin de déterminer l'influence, sur la vitesse, de paramètres tels que la morphologie de la poudre utilisée ou des conditions de projection. Ainsi, sous des conditions de 3MPa et 300°C, lorsque le substrat est positionné à 20mm de la sortie du pistolet, des particules sphériques d'acier inoxydable 316L de 15 à 44µm de diamètre présentent une vitesse d'impact centrée autour de  $520 \text{ m.s}^{-1}$ . En revanche, des particules anguleuses de dimension similaire entrent en collision avec le substrat à des vitesses comprises entre 580 et  $680 \text{ m.s}^{-1}$  [FUKA06-2]. Des mesures ont également été réalisées à 20mm de la sortie d'une tuyère modifiée, sans substrat positionné en vis-à-vis, sur des particules de cuivre

de 5 et 15 $\mu$ m de diamètre projetées sous des conditions de 3MPa et 300°C [FUKU08]. Les particules les plus larges ont été projetées à environ 680m.s<sup>-1</sup>.

#### 4.2.2. Température de préchauffage

Durant la projection cold spray, l'impact du jet orienté sur le substrat positionné à quelques dizaines de millimètres génère une zone compression, dite de « recirculation », où le gaz est fortement ralenti, comprimé et dévié vers la périphérie (cf. § 3.1.3). A cet endroit, la température atteinte par le gaz peut être supérieure à celle en amont de la tuyère, i.e. correspondant à la condition de projection. Il est donc envisageable que le substrat soit réchauffé avant l'impact des premières particules. Deux techniques expérimentales ont été développées afin d'évaluer la température atteinte par le substrat en contact avec la zone de recirculation : par insertion d'une sonde calorimétrique dans un substrat isolant [PAPY06] [PAPY06-2] et par thermographie infrarouge [IRIS08].

La première a permis la détermination du coefficient d'échange thermique, composé du résultat des interactions particules-substrat et gaz-substrat, ainsi que de la température de surface du substrat en régime permanent. Cette dernière s'est révélée proche de la température de préchauffage du gaz en amont de la tuyère. Pour une distance de projection de 15mm, le coefficient d'échange a été mesuré à 1,4x10<sup>4</sup>W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> au centre du jet, à 3,5x10<sup>3</sup>W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> à 20mm du centre et à 2,4x10<sup>3</sup>W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> à 40mm du centre. Cependant, l'intensité des coefficients diminuera lorsque la distance de projection augmentera [IRIS08]. Dans cette étude, il conviendra donc de réexaminer leur valeur puisque le substrat sera positionné à 40mm de la sortie du pistolet.

La seconde utilise une caméra infrarouge pour estimer la température de surface du substrat, en régime transitoire et permanent, en différentes positions par rapport au centre du jet. Puisque aucune particule n'est projetée durant les expériences, l'élévation de température mesurée est uniquement engendrée par l'interaction gaz-substrat. Les effets de la pression et de la température du gaz en amont de la tuyère et de la distance de projection ont été analysés. Pour un substrat positionné à 40mm de la sortie du pistolet, l'augmentation de la température de préchauffage a montré un effet bien supérieur à l'augmentation de la pression (Figure I-21).

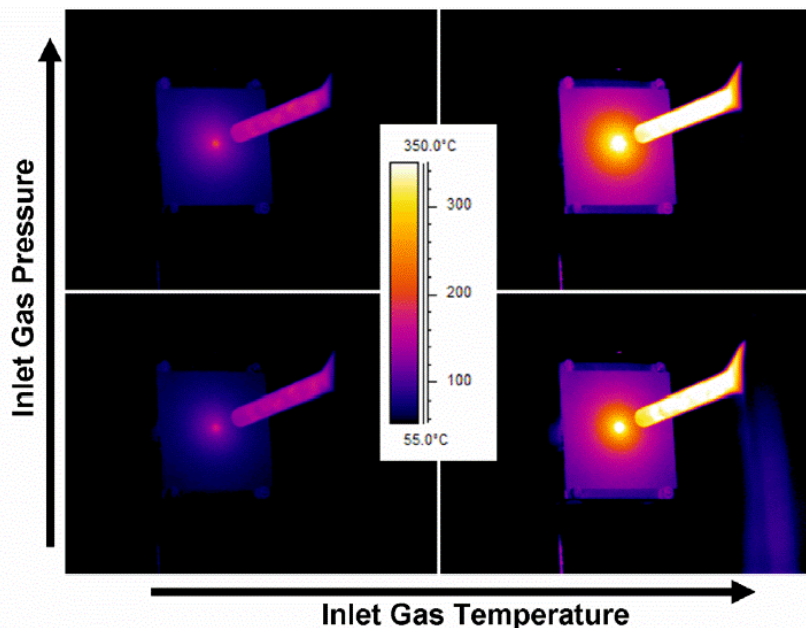


Figure I-21 : Comparaison des images obtenues par thermographie avec des pressions de 1,5 et 3,5MPa, des températures de 200 et 500°C, pour une distance de projection de 40mm [IRIS08]

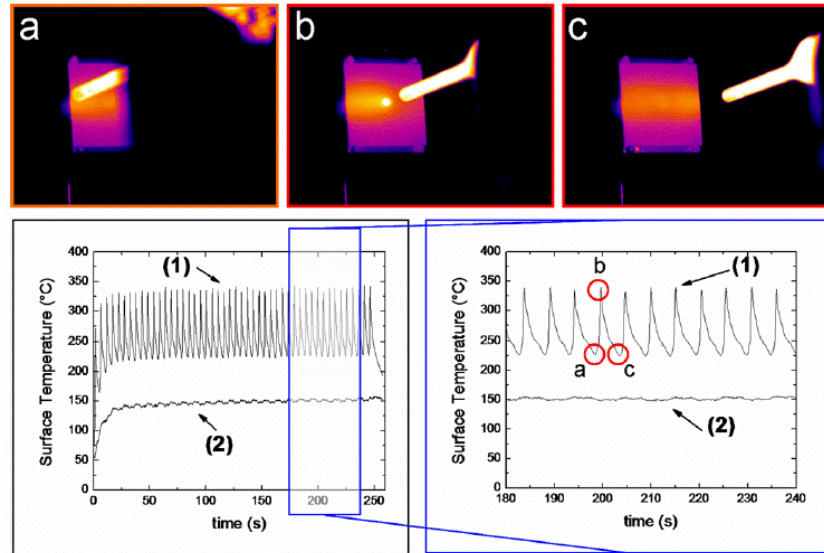


Figure I-22 : Images obtenues par thermographie après 200s d'allers et retours du pistolet au dessus du substrat à une vitesse de  $20\text{mm.s}^{-1}$ . Les graphiques représentent la température mesurée au cours du temps au centre de la ligne décrite par le jet (1) et à 35mm de son centre (2) [IRIS08]

En revanche, plus la distance de projection était grande plus la température de surface diminuait, en régime permanent. Entre 40mm et 300mm, cette dernière chutait de 420 à  $100^{\circ}\text{C}$  pour des conditions de projection identiques,  $3,5\text{MPa}$  et  $500^{\circ}\text{C}$ . Enfin, la température de surface du substrat a été mesurée en régime transitoire, pour différentes vitesses de traverse du pistolet (Figure I-22). Après 200 secondes durant lesquelles le pistolet a réalisé de nombreux allers-retours au dessus du substrat, la température atteinte pour une vitesse de déplacement de  $10\text{mm.s}^{-1}$  (respectivement  $20\text{mm.s}^{-1}$ ) s'est révélée cyclique, d'une intensité maximale de  $375^{\circ}\text{C}$  (respectivement  $345^{\circ}\text{C}$ ).

## 5. METALLURGIE DU COUPLE CU/AL

Puisque les particules et les écailles projetées restent macroscopiquement à l'état solide, les durées d'interaction sont souvent considérées comme trop faibles pour autoriser des interactions métallurgiques significatives et suffisantes pour être responsables de l'adhérence. Dans le cas de la projection cold spray, par exemple, bon nombre des éléments de la bibliographie prennent uniquement en compte l'adhérence issue de l'ancrage mécanique des particules engendré par le comportement visco-plastique proche de l'interface [SIEG99] [MARU04] [KING08]. La fusion qui se produit localement n'a alors pour conséquence qu'une meilleure pénétration du projectile dans la cible.

Toutefois, l'aspect métallurgique des liaisons qui favorisent l'adhérence lors des impacts à grande vitesse a récemment été mis en évidence [BARR05] [ICHI04] [BARR07] [HUSS09]. D'autre part, la conséquence des conditions de diffusion sur la vitesse des interactions physico-chimiques a également été étudiée [ABBA00] [YAJI06] [HANG08]

Le couple Cu/Al a été retenu pour les potentielles applications électriques et thermiques des revêtements de cuivre [HAYN03] [KROE03] [SIM05] [HANG08] d'une part, mais également pour sa grande réactivité métallurgique. Enfin, la mise en contact des matériaux à différentes vitesses et températures de préchauffage devrait autoriser la mise en œuvre des phénomènes de diffusion à l'état solide et à l'état liquide aux interfaces. Ces phénomènes pourraient alors conduire à la formation de composés intermétalliques.



## 5.1. Diffusion

### 5.1.1. Théorie de la diffusion

Par analogie avec la loi de Fourier (1807), descriptive du transfert de chaleur par diffusion, ou la loi d'Ohm, descriptive de l'écoulement d'électrons, la loi de Fick (1807) relie linéairement le flux de diffusion au gradient de concentration :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \text{div} \left( D_{\text{diff}} \cdot \frac{\partial C}{\partial \underline{x}} \right) \quad (\text{Eq. I.29})$$

avec : C, la concentration de particules diffusantes,  
 $D_{\text{diff}}$ , le coefficient de diffusion de matière ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )

Cette loi a été vérifiée thermodynamiquement par des théories de mouvement aléatoire [ADDA66], et l'évolution du coefficient de diffusion en fonction de la température, de la pression isostatique ou de la mise en contrainte à l'interface a été définie [ADDA66] [GUIR94]. Généralement, l'augmentation de la pression diminue la valeur du coefficient de diffusion [RADA44] [TAKA94] ; en revanche, la diffusion sous contrainte par déformation plastique conduit l'élévation de la vitesse de diffusion [SOMA94] [YAJI06]. Le coefficient s'écrit alors [ADDA66] [GUIR94]:

$$D_d / D_{\text{diff}} = 1 + K_0 \cdot \exp(K_1 \cdot \sigma) \quad (\text{Eq. I.30})$$

avec  $D_d$ , le coefficient de diffusion relatif au matériau déformé ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )  
 $D_{\text{diff}}$ , celui relatif à la diffusion naturelle ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )  
 $K_0$ , constante relative aux propriétés mécaniques du matériau (sans dimension)  
 $K_1$ , constante relative aux propriétés cristallographiques du matériau ( $\text{MPa}^{-1}$ )

Durant la projection à l'état solide du cuivre sur l'aluminium, pression de contact engendrée par l'impact modifie donc la loi de Fick, à travers l'intensité du coefficient de diffusion. Afin de retrouver l'influence couplée de ces paramètres, une méthode expérimentale permettant l'étude la diffusion en régime forcé est proposé en Annexe 3.

### 5.1.2. Diffusion à l'état solide

Parmi les différents mécanismes élémentaires de diffusion, la diffusion lacunaire est le mécanisme le plus fréquemment avancé [YAJI06] [TAKA94] [GUIL94]. Celui-ci stipule qu'étant donné l'encombrement des atomes dans un réseau, la diffusion ne peut avoir lieu que s'il existe une lacune au voisinage de l'atome qui doit migrer. La formation et la migration de ces lacunes sont alors assurées par l'agitation thermique.

En plus de dépendre de la contrainte appliquée (cf. § 5.1.1), le coefficient de diffusion à l'état solide est relié à la température selon une loi de type Arrhenius, dont les grandeurs mises en jeu sont données pour l'aluminium et le cuivre en Annexe 1 :

$$D_{\text{diff}} = D_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right) \quad (\text{Eq. I.31})$$

Avec  $D_0$ , le coefficient de diffusion à température infinie ( $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )  
 $Q$ , l'énergie d'activation ( $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ )

R, la constante des gaz parfaits ( $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ )

T, la température du matériau (K)

Dans la suite de ce mémoire, la diffusion rencontrée sera celle pour laquelle les deux matériaux forment une solution solide ou des composés intermétalliques. Les coefficients d'interdiffusion seront alors calculés analytiquement à partir de la loi de Fick et de l'observation du déplacement de l'interface [SMIT92]. Les phénomènes d'autodiffusion (diffusion d'un atome A dans un réseau constitué du même atome) et d'hétérodiffusion (diffusion à dilution infinie d'une impureté dans un réseau) ne seront donc pas considérés [ADDA66] [GUIR94].

### 5.1.3. Diffusion à l'état liquide

Dans les études d'impact, les projectiles sont mis en vitesse à l'état solide. Néanmoins, l'énergie que libère le phénomène d'impact à grande vitesse peut engendrer de la fusion locale, le long de l'interface [LI07-3]. Outre un comportement différent sous contrainte, les interactions entre les matériaux s'en trouvent améliorées. Dans le modèle considéré dans la suite de cette étude, la diffusion est toujours décrite par la loi de Fick (cf. § 3.1.1) ; néanmoins, l'expression du coefficient de diffusion qui découle de l'équation de Stokes–Einstein–Sutherland s'exprime par :

$$D_L = \frac{k.T}{6\pi.r.\eta(T)} \quad (\text{Eq. I.32})$$

avec :  
 k, la constante de Boltzman  
 T, la température  
 r, le rayon des atomes qui diffusent  
 $\eta(T)$ , la viscosité du matériaux en fusion, dépendant de la température

Dans ce modèle, les particules diffusantes sont considérées comme des sphères dures n'interagissant pas avec le liquide visqueux, le solvant, que représente le matériau en fusion. Des limitations ont été montrées et d'autres théories, plus complexes, mises en place [WANG04] [JAYA01].

La solidification d'un métal liquide a largement été étudiée [BENS70] [META85] [DUPE04]. Ces études indiquent les différentes étapes de la cristallisation et les effets de la vitesse de solidification sur la morphologie des cristaux. Toutefois, lorsque le taux de refroidissement dépasse une valeur critique, la matière n'a plus le temps nécessaire pour cristalliser et se fige alors sous forme de phase amorphe [KIMU97].

### 5.1.4. Oxydation

Les alliages d'aluminium et, dans une moindre mesure, le cuivre présentent une forte sensibilité à l'oxydation de surface. Lors de l'impact des projectiles sur les cibles, l'interface n'est donc pas « propre ». Cela influe nécessairement sur les phénomènes de diffusion.

L'aluminium présente une couche d'oxyde, l'alumine ou  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , fortement adhérente à sa surface et qui, une fois endommagée, se reforme immédiatement. Après abrasion, une couche d'oxyde qui se développe sous atmosphère ambiante est composée de deux strates [HOLLI80]. La couche inférieure présente une fine structure compacte et amorphe dont l'épaisseur est déterminée par la température du milieu. La couche supérieure, plus épaisse et perméable, contient des oxydes hydratés. L'épaisseur d'une couche d'oxyde d'aluminium formée sous

atmosphère standard à partir d'une surface abrasée est généralement comprise entre 20 et 200nm.

Les particules de cuivre utilisées ont été élaborées industriellement par atomisation. Elles sont ensuite exposées à l'air ambiant avant leur projection. Une oxydation superficielle de la poudre est par conséquent à prévoir [CHAN04].

## 5.2. Intermétalliques

Les phases intermétalliques qui peuvent être générées lors de l'interdiffusion du couple Cu /Al sont nombreuses (cf. § 3.2.1) [MUR85]. Leurs vitesses (cf. § 3.2.2) et mécanismes de formation ainsi que leurs propriétés ont été étudiés [HANN03] [TAKA54]. Présentant majoritairement une structure cristalline différente d'une structure CFC [MASS86], ces composés se révèlent généralement plus durs que l'aluminium et le cuivre [YAJI06] [BROS92]. Leur formation dans des conditions hors d'équilibre, en cold spray, n'a été mise au jour que récemment [BARR05] [BARR07]

### 5.2.1. Formation à l'équilibre

#### 5.2.1.1. Conditions de formation à l'équilibre

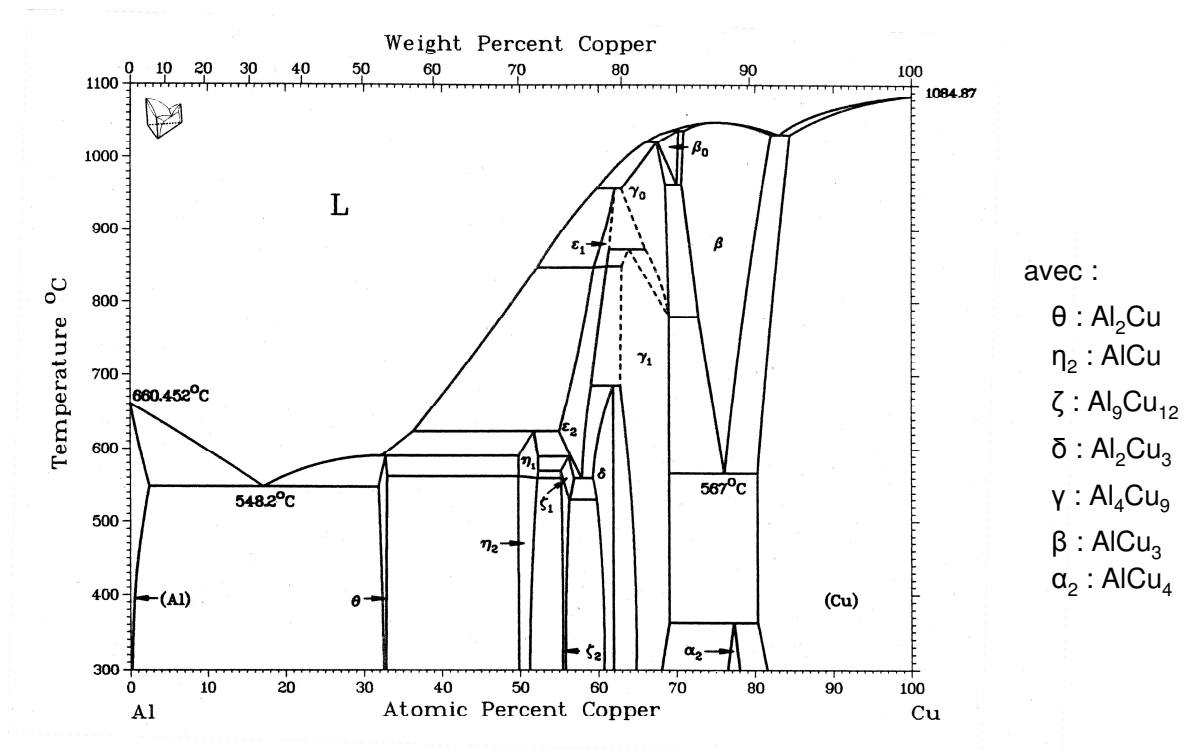


Figure I-23 : Diagramme d'équilibre du couple (Al, Cu) [MUR85]

La mise en contact et l'interaction du couple Cu/Al peuvent conduire, sur une large gamme de compositions, à la formation de nombreux composés intermétalliques définis dans le diagramme d'équilibre (Figure I-23).

A l'équilibre, certaines phases peuvent être générées uniquement à composition définie ou au-delà d'une certaine température (Figure I-23). Toutefois, le brusque échauffement de l'interface durant l'impact implique un bouleversement de cet équilibre et, par conséquent, des conditions de formation des composés.

En fonction de la température de préchauffage, les intermétalliques les plus fréquents sont l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  (à partir de  $150^\circ\text{C}$ ), l' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  (à partir de  $350^\circ\text{C}$ ) et l' $\text{AlCu}$  entre les deux précédents (à partir de  $400^\circ\text{C}$ ) [CALV88] [KIM03] [YAJI06]. Les autres composés existent également à partir de  $350^\circ\text{C}$  et sont formés couche après couche entre les phases précédentes [FUNA71]. Néanmoins, leur épaisseur reste trop faible pour qu'ils soient décelés [RAJA80] [TAMO92].

#### 5.2.1.2. Vitesse de formation à l'équilibre

A l'équilibre, la vitesse de formation des différentes phases intermétalliques peut être décrite par l'équation empirique [JANG06] :

$$\delta = \sqrt{K.t} \quad (\text{Eq. I.33})$$

avec :  $\delta$ , l'épaisseur du composé intermédiaire pendant le temps d'interaction  $t$  (m)  
 $K$ , le taux de formation du composé considéré ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )

Ce taux de formation peut également être estimé en moyenne, sur le multicouche constitué par l'ensemble des intermétalliques détectables, pendant une durée d'interaction donnée. A  $250^\circ\text{C}$ , il a été estimé à  $6,5.10^{-14}\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$  [KIM03] [HANG08]. Il semblerait que la mise sous contrainte de l'interface élève la vitesse de formation de ces phases [YAJU06]. Afin de déterminer avec précision l'influence de ce paramètre, un protocole expérimental permettant l'étude de l'accroissement des intermétalliques en régime forcé est proposé en Annexe 3.

### 5.2.2. Formation hors d'équilibre

#### 5.2.2.1. Conditions de formation hors d'équilibre

Une brusque élévation de température ou un fort taux de refroidissement confèrera à l'interaction un caractère hors d'équilibre. Les coefficients de diffusion et, par conséquent, les températures et vitesses de formation ainsi que la composition des intermétalliques seront modifiés [GILL93].

Une étude reposant sur des observations à fine échelle de l'interface d'un dépôt de cuivre obtenu par cold spray a révélé la présence de ces phases [BARR07]. Dans cette étude, trois types d'interface avaient été mis en évidence. La première était constituée des trois intermétalliques :  $\text{AlCu}_4$ ,  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Les deux autres présentaient, en plus des intermétalliques, un mélange d' $\text{Al}$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ , caractéristique de la fusion.

#### 5.2.2.2. Vitesse de formation hors d'équilibre

Hors d'équilibre, en l'espace d'une centaine de nanosecondes, des composés intermédiaires d'une épaisseur de plusieurs centaines de nanomètres peuvent se former (cf. § 5.2.2.1) [BARR07]. Le taux de formation s'élève alors à environ  $4,5.10^{-11}\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$ . Toutefois, les trois zones décrites au paragraphe précédent avaient certainement subi un post-traitement mécanique et thermique du au procédé. En effet, les passages successifs du pistolet cold spray au-dessus de la zone avaient provoqué une élévation de la température, et la mise sous contrainte de l'interface par l'impact successif des particules des strates supérieures du dépôt. La durée d'interaction caractéristique du procédé cold spray, le long de l'interface, est donc supérieure à la centaine de nanosecondes. L'analyse d'une interface obtenue par envol de plaque (cf. § 3.2.1), dont le temps d'interaction a été estimé à 20ns par simulation numérique, a également révélé la présence d'intermétalliques identiques.



---

*Chapitre 2 :*  
*Matériaux, Techniques expérimentales et*  
*Simulations numériques*

---



# Chapitre 2 :

## Matériaux, Techniques expérimentales et Simulations numériques

### Sommaire

<b>1. MATERIAUX .....</b>	<b>56</b>
1.1. Projectiles de cuivre .....	56
1.2. Cibles en aluminium.....	56
<b>2. TECHNIQUES DE PROJECTION.....</b>	<b>57</b>
2.1. Projection cold spray .....	57
2.1.1. Matériel de projection .....	57
2.1.2. Elaboration des particules élémentaires .....	59
2.1.3. Observation par caméra rapide.....	60
2.1.4. Mesure par thermocouples .....	61
2.2. Envol d'écaille par choc laser .....	61
2.2.1. Laser de puissance.....	61
2.2.2. Conditions de choc et écaillage .....	62
2.2.3. Mesure par interférométrie laser .....	62
<b>3. ETUDE DES SURFACES ET DES INTERFACES .....</b>	<b>63</b>
3.1. Méthodes d'analyse.....	63
3.1.1. Préparation des échantillons en coupe.....	63
3.1.2. Microscopie .....	64
3.1.2.1. Microscopie optique.....	64
3.1.2.2. Microscopie électronique à balayage .....	64
3.1.3. Microanalyse X .....	64
3.1.4. Nanoindentation .....	65
3.1.5. Analyses en microscopie électronique en transmission .....	66
3.1.5.1. Préparation de lames minces .....	66
3.1.5.2. Observations et analyses .....	67
3.1.6. Analyse d'image.....	68
3.1.6.1. Rugosité de surface .....	68
3.1.6.2. Morphologie et rugosité .....	69



3.2. Caractérisation mécanique par essai d'adhérence par choc laser	
LASAT* (« LAser Shock Adhesion Test »).....	70
3.2.1. Chaîne laser et conditions.....	70
3.2.2. Analyse de l'endommagement .....	71
<b>4. OUTILS DE SIMULATION NUMERIQUE.....</b>	<b>72</b>
4.1. Simulations monodimensionnelles.....	72
4.2. Simulations bidimensionnelles.....	72
4.2.1. Essais d'adhérence et calibration.....	72
4.2.2. Impact des projectiles .....	73
4.3. Simulations tridimensionnelles .....	74

L'enjeu de cette étude est de comprendre l'évolution des mécanismes d'adhérence lors d'impacts à grande vitesse, à l'interface entre le cuivre et l'aluminium, et d'estimer les niveaux d'adhérence correspondants.

Pour générer de tels impacts, les procédés cold spray et d'écaillage par choc laser, détaillés au chapitre précédent, ont été retenus. En effet, la diversité des conditions d'impact qu'ils proposent, telles que la vitesse, la température de préchauffage, la morphologie et l'oxydation des surfaces mises en contact, alimente ce projet. Toutefois, ces conditions doivent, au préalable, être déterminées. Ainsi, dans ce chapitre, les matériaux utilisés seront définis (cf. § 1), les techniques et les conditions de projections mises en œuvre explicitées (cf. § 2), puis les dispositifs et le matériel utilisés pour la détermination des conditions d'impact seront décrits (cf. § 2 et 3.1).

Afin d'établir les corrélations existantes entre les conditions d'impact et les phénomènes qui surviennent durant l'impact, une minutieuse étude des interfaces a été nécessaire. Dans ce chapitre, les différentes techniques de préparation, d'observation et d'analyse ont donc été explicitées (cf. § 3.1).

Pour éprouver les particules projetées par cold spray en traction et déterminer ainsi leur seuil d'adhérence en fonction des conditions de projection, une variante originale de l'essai d'adhérence par choc laser LASAT<sup>\*</sup> (cf. Chapitre 1, § 2.3) a été utilisée. Cette technique, dont le grand intérêt est sa simplicité de mise en œuvre sur des zones difficilement accessibles par les outils classiques, fait son entrée dans l'industrie. Le laser employé et les techniques d'analyse de l'endommagement ont, ici, été décrits (cf. § 3.2).

Enfin, à tous les stades de cette étude, la simulation numérique des phénomènes étudiés a été menée. Par exemple, le calcul des contraintes à l'interface entre la particule et le substrat lors de l'essai d'adhérence, l'évolution des grandeurs locales le long de l'interface lors de l'impact, ou encore la température de préchauffage par passage du pistolet au dessus du substrat ont, ainsi, pu être déterminés. Les différents outils de modélisation numérique, leurs principaux paramètres ou encore la formulation des phénomènes à retranscrire ont été explicités dans ce chapitre (cf. § 4).

La difficulté de la génération d'écaillés, de l'analyse à l'échelle submicronique de particules de si petites dimensions, et de la compréhension de phénomènes fortement hors d'équilibre, a été levée par la mise en œuvre de techniques expérimentales innovantes. Ce projet de recherche a aussi été réalisable grâce à de nombreuses collaborations avec différents laboratoires.

# 1. MATERIAUX

## 1.1. Projectiles de cuivre

Dans cette étude, les particules de poudre de cuivre sont accélérées aérodynamiquement lors de la projection cold spray (cf. § 2.2.1) ou mécaniquement par choc laser (cf. Chapitre 3, § 3.2.5.1). Deux types de poudres de granulométries distinctes ont été utilisés. La première, de référence « Metco 55 », commercialisée par la société Sulzer Metco, présente une pureté de 99,9% et une granulométrie de  $-90 +45 \mu\text{m}$ . La seconde, pure à 99,9% et de granulométrie  $-20 + 7\mu\text{m}$ , est produite par Ecka Granule. Ces poudres, respectivement de  $66\mu\text{m}$  et  $12,5\mu\text{m}$  de diamètre en moyenne, ont été élaborées par atomisation par gaz. La morphologie des particules qui les composent est par conséquent sphéroïdale (Figure II-1). Leur répartition granulométrique a été vérifiée par mesure laser.

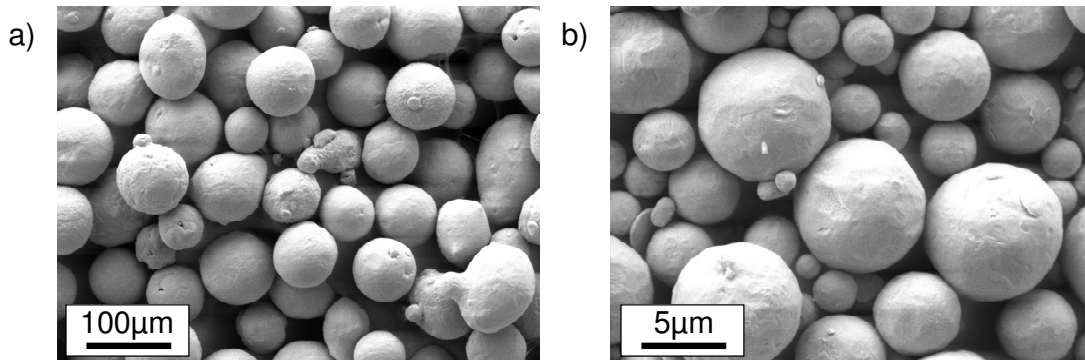


Figure II-1 : Observation par Microscopie Electronique à Balayage des poudres de cuivre a) Metco 55 et b) Ecka Granules

Afin de générer des impacts de type plan sur plan, avec une évolution non confinée de l'interface, l'écaille obtenue à l'aide du choc laser a été générée à partir de plaques de cuivre. Pour cela, des feuilles de 100, 125 et  $250\mu\text{m}$  d'épaisseur et de taille  $10 \times 10 \text{mm}^2$  ont été employées. D'une pureté de 99,9%, celles-ci sont produites par la société Goodfellow.

Pour l'ensemble des simulations numériques développées dans cette étude (cf. Chapitres 3, 4 et 6), les propriétés mécaniques des projectiles ont été assimilées à celles du matériau massif (cf. Annexe 1). Seul le module de cisaillement, à travers le module d'Young, a été adapté dans chaque cas afin de prendre en compte la modification des propriétés de surface induite par l'élaboration (cf. Chapitre 3, § 3.1). Le module d'Young des particules a été estimé expérimentalement par nanoindentation (cf. § 2).

## 1.2. Cibles en aluminium

Le principal substrat utilisé dans cette étude est l'aluminium « pur » (à 99%), de référence Al 1050 pour les normes française AFNOR, européenne EN 573 et AISI, sans précipités. L'ensemble des projections par procédé cold spray ont été réalisées sur des plaques de  $25 \times 25 \times 2,7 \text{mm}^3$ , élaborées par laminage et sans traitement thermique postérieur.

Afin de limiter l'ancrage mécanique et le confinement de l'écaille durant l'impact, un substrat en alliage d'aluminium, nommé « duralumin », de référence Al 2017 pour les normes françaises AFNOR, européenne EN 573 et AISI, et de référence AlCu4MgSi pour la norme

ISO, a été nécessaire lors du procédé d'écaillage par choc laser. Cet alliage, dont la composition est donnée dans le tableau II-1, a également été élaboré par laminage, sans traitement thermique postérieur. Les placages d'écailles ont été réalisés sur des plaques de  $10 \times 10 \times 0,5 \text{ mm}^3$ .

Pour établir une correspondance entre les phénomènes qui surviennent à l'interface des particules et des écailles, quelques projections de particules par procédé cold spray ont été menées sur des substrat de duralumin de dimensions  $25 \times 25 \times 2,7 \text{ mm}^3$ .

Afin de générer des impacts correspondant le plus possible aux types « sphère sur plan » et « plan sur plan », les différents substrats ont été polis « miroir », jusqu'au drap enduit de pâte diamantée de  $1 \mu\text{m}$ .

Pour l'ensemble des simulations numériques développées dans cette étude (cf. Chapitres 3, 4 et 6), les propriétés mécaniques des cibles à base d'aluminium ont été assimilées à celles du matériau massif. Celles de l'Al 1050 et l'Al 2017 ont toutefois été différenciées (cf. Annexe 1). Comme pour les projectiles de cuivre, seul le module de cisaillement, à travers le module d'Young, a été adapté dans chaque cas afin de rendre compte la modification des propriétés de surface induite par la préparation.

Éléments	Cu	Fe	Mn	Mg	Si	Zn	Cr
Teneur (% pds)	3,5-4,5	0,7	0,4-1	0,4-0,8	0,2-0,8	0,25	0,1

Tableau II-1 : Composition de l'alliage Al 2017

## 2. TECHNIQUES DE PROJECTION

### 2.1. Projection cold spray

#### 2.1.1. Matériel de projection

L'ensemble des expériences de projection ont été réalisées au Centre Des Matériaux de MINES ParisTech de Paris, dans le groupe C2P (Centre de Compétence en Procédés de Projection) équipé de différentes techniques de projection thermique. Le système de projection dynamique à froid utilisé est un modèle « Kinetic 3000 M » (Figure II-2) fabriqué par la société Cold Gas Technology (CGT, Ampfing, Allemagne). Il est composé de quatre éléments principaux : une armoire de commande, un réchauffeur de gaz LINDSPRAY® Cold spray Heater HT 800/30, un distributeur de poudre CGT-PF4000 Comfort, un pistolet de projection POWER-JET 3000.

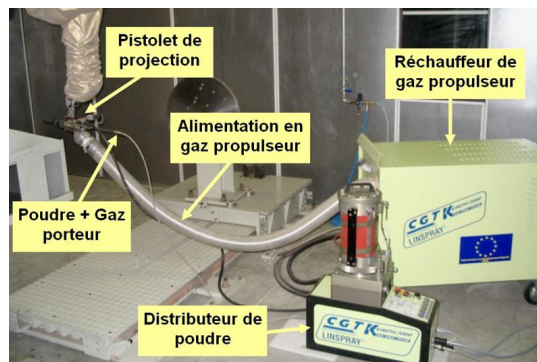


Figure II-2 : Système de projection Kinetic 3000 M

L'armoire de commande permet le pilotage et le contrôle des paramètres du procédé à partir de l'écran LCD tactile (Siemens MP 370 12'). Un schéma représentant les différents organes qui composent le système cold spray y est affiché (Figure II-3). Chaque symbole est associé à un indicateur et/ou une jauge qui permettent de connaître l'état du composant. La température des différents éléments, leur pression et la distribution de poudre peuvent ainsi être visualisées en cours de projection.

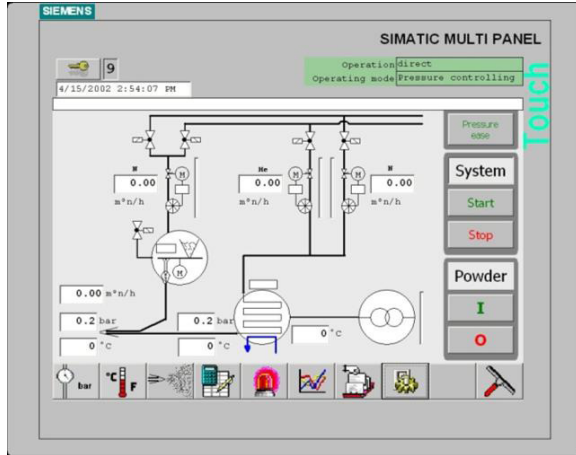


Figure II-3 : Écran de contrôle du Kinetic 3000M



Figure II-4: Photographie du solénoïde du LINDSPRAY® HT 800/30 en fonctionnement

Le réchauffeur (Figure II-4) est alimenté en gaz et en énergie électrique directement par l'armoire de commande. Il se compose principalement d'un solénoïde (alliage réfractaire à base de nickel) qui joue le rôle de résistance électrique et fournit de l'énergie calorifique au gaz par effet Joule. Deux thermocouples mesurent en permanence la température du système : l'un est directement fixé sur le solénoïde et l'autre se trouve dans le flux gazeux en sortie de réchauffeur (où la pression est également mesurée).

Le distributeur de poudre a été conçu pour résister à la pression de 3,5 MPa. La poudre est entraînée par la rotation d'un disque cranté et le passage d'un gaz porteur. Le débit de poudre est alors ajustable par variation de la vitesse de rotation (0-8 rpm) de ce disque.

La liaison du réchauffeur avec le pistolet est assurée par un tuyau en composite « Téflon » renforcé par un tressage extérieur en acier inoxydable. Ce tube est protégé de l'environnement par une gaine en fibre isolante (« Fiber Frax ») qui évite les déperditions de chaleur en conservant une relative flexibilité. Dans le pistolet, les gaz propulseur et porteur se rejoignent dans la chambre de stagnation où deux canaux ont été percés pour permettre le passage d'un thermocouple et d'une sonde de pression. Les conditions de projection sont régulées sur ces mesures.

Une injection axiale des particules est assurée par un tube en acier inoxydable de diamètre interne 2,6 mm. L'accélération des particules s'effectue à travers une tuyère de De Laval, dont les dimensions sont indiquées sur la Figure II-5. Celle-ci est usinée en une seule pièce dans un composite réfractaire (carbure de tungstène) et fixée au pistolet par une noix de serrage.

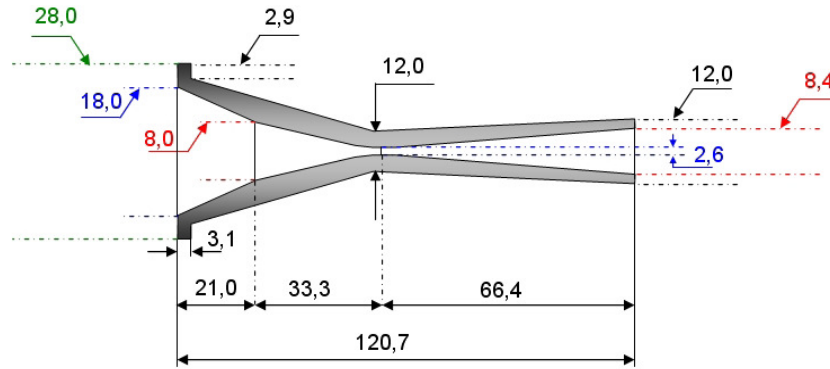


Figure II-5 : Dimensions caractéristiques de la tuyère utilisée

### 2.1.2. Elaboration des particules élémentaires

L'élaboration d'échantillons par projection Cold Spray a nécessité le développement et la mise en service d'une enceinte de projection sécurisée et performante. Afin de réduire l'encombrement, le dispositif de projection (tuyau d'alimentation en gaz propulseur, pistolet, dispositif de maintien du substrat et dispositif de pilotage du pistolet ou du masque) a été positionné dans un volume de  $1,3\text{m}^3$  et délimité par une cabine en acier insonorisée par des joints et de la laine de verre.

Une table XY couplée à un bloc puissance performant permettent le déplacement du pistolet cold spray ou du masque (dont l'utilité est décrite ci-après) dans un plan horizontal. Sur un mètre de course, la buse ou le masque peuvent atteindre des vitesses de l'ordre de  $800\text{mm.s}^{-1}$ . Le porte-échantillon ou le masque sont montés sur pilotis, ce qui permet de régler la hauteur donc la distance de projection (Figure II-6). L'ensemble de l'équipement est fixé à un berceau en forme de U, constitué de profilés d'aluminium, déposé au fond de la cabine.

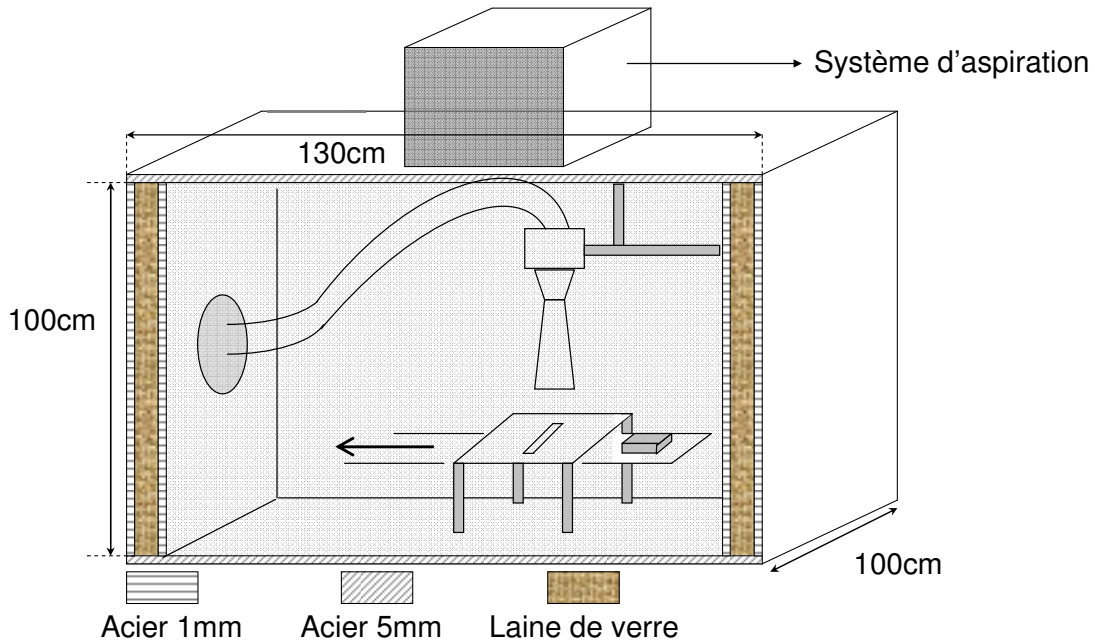


Figure II-6 : Schéma de la cabine de projection en configuration pistolet et masque fixes

La collecte des particules élémentaires écrasées sur les substrats (couramment appelés « splats\* ») a été réalisée sous trois conditions de projection afin de couvrir l'ensemble de la

gamme de vitesse des particules : 2MPa / 400°C, 3MPa / 400°C et 3MPa / 600°C. La vitesse moyenne des particules augmente, en effet, avec leur intensité. Des cartographies de la profondeur de pénétration dans le substrat ont ainsi été réalisées (cf. Chapitre 3, § 2.2) et les particules visualisées à l'échelle submicronique en fonction de leur vitesse d'impact (cf. Chapitre 5).

Trois configurations ont été prises en compte pour l'obtention des particules élémentaires. La première consiste à diminuer le débit de poudre et à faire circuler de manière rectiligne le pistolet au dessus du substrat à vitesse élevée (environ  $700\text{mm.s}^{-1}$ ). La deuxième vise à conserver le pistolet stationnaire, fixé au bâti de l'enceinte, et faire circuler un masque pourvu d'une fente (à environ  $250\text{mm.s}^{-1}$ ) entre ce dernier et le substrat. La dernière autorise le substrat à se déplacer (à environ  $250\text{mm.s}^{-1}$ ) sous le pistolet et le masque maintenus fixes (Figure II-6). Les masques utilisés étaient pourvus de fentes rectangulaires de dimensions  $1 \times 15\text{mm}^2$  usinées dans des plaques d'acier inoxydable d'un millimètre d'épaisseur.

### 2.1.3. Observation par caméra rapide

Afin de mesurer la vitesse des particules accélérées par cold spray, une caméra rapide IMAGER PHOTRON FASTCAM SA-1 N&B a été utilisée lors de certaines expériences de projection. Construite par la société VM2, cette caméra de 8GB de mémoire interne possède un capteur CMOS FILLFACTORY  $1024 \times 1024$  pixels<sup>2</sup> constitué de cellules de  $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  encodées sur 12bits. Chacune d'entre elle présente une sensibilité sans gain équivalent à 10 000 ISO en argentique pour le N&B, ainsi qu'un système de protection des surexpositions (Brevet « Photron »). Ainsi, chaque pixel est traité indépendamment des autres et ceux qui sont saturés durant l'exposition n'empêchent pas l'analyse des autres. Enfin, le temps d'obturation minimal accessible est de  $1\mu\text{s}$ . Ce dispositif est relié à un ordinateur par réseau. Un logiciel assure la jonction et permet son pilotage, la relecture et le transfert des données à des formats sans compression.

Ce matériel permet des vitesses d'acquisition de 60 à 5400 images par seconde, en plein format  $1024 \times 1024$  pixels<sup>2</sup>. Cette fréquence peut être accrue en réduisant le format de visualisation, à durée d'acquisition identique. De plus, à format équivalent, toute augmentation de cette fréquence provoque une diminution du temps d'acquisition. Par exemple, il est possible de réaliser :

- un enregistrement de 1s à  $5400\text{images.s}^{-1}$ , sur une fenêtre de  $1024 \times 1024$  pixels<sup>2</sup>
- un enregistrement de 2,7s à  $2000\text{images.s}^{-1}$ , sur une fenêtre de  $1024 \times 1024$  pixels<sup>2</sup>
- un enregistrement de 1s à  $20\,000\text{images.s}^{-1}$ , sur une fenêtre de  $512 \times 512$  pixels<sup>2</sup>

Ainsi, il est possible d'atteindre une vitesse de 675 000 images par seconde avec un temps d'obturation de  $1\mu\text{s}$ .

Un soufflet de 180mm de longueur et un objectif de 200mm (Figure II-7) ont été adaptés sur la caméra pour réduire les dimensions de la zone observée sur une fenêtre de  $1024 \times 1024$  pixels. Ainsi, à une distance de 200mm du jet, des zones de 20mm de hauteur sur 10mm de largeur ont pu être visualisées. L'ensemble a été fixé sur une plaque support afin de préserver l'horizontalité de l'axe optique puis positionné sur un pied réglable en hauteur et en profondeur pour la focalisation. A si petite distance du jet, la protection des lentilles contre le rebond des particules a été assurée par l'ajout d'une plaque de PMMA de 1mm d'épaisseur contre l'objectif (régulièrement sablée et par conséquent remplacée). La caméra a été isolée de l'environnement abrasif chargé de particules de poudre par une bâche en plastique. En effet, sa poignée contient une entrée et une évacuation d'air, nécessaires au refroidissement de celle-ci. Toute pénétration des particules dans le matériel pourrait entraîner sa détérioration.



Ce matériel a également été utilisé pour visualiser le phénomène de « bow-shock » (cf. Chapitre 1, § 3.1.3), choc courbe induit par l'impact du jet sur la plaque, afin d'étudier l'influence de la fente du masque sur sa morphologie.

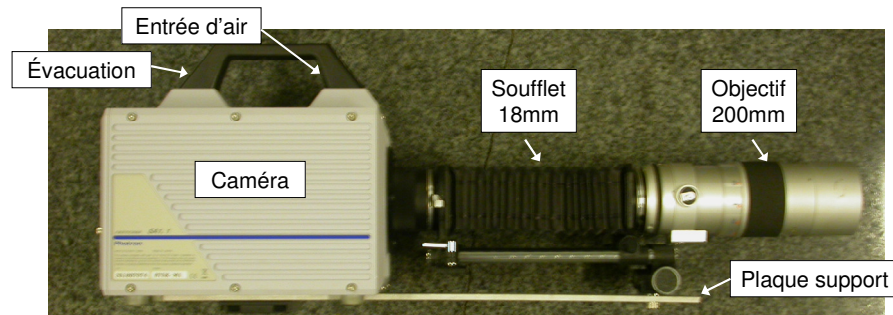


Figure II-7 : Caméra rapide FASTCAM équipée d'un soufflet 180mm et d'un objectif 200mm

#### 2.1.4. Mesure par thermocouples

Afin de déterminer la température du gaz dans la zone d'impact avec le substrat ainsi que la température du substrat (cf. Chapitre 3, § 3.2), des thermocouples de type K, fabriqués par la société Thermocoax (Suresnes, France), ont été utilisés. Une gaine d'acier inoxydable 304L, de diamètre extérieur 1mm et de 100 $\mu$ m d'épaisseur, entoure les deux fils de chromel (alliage composé de 90% de nickel et 10% de chrome) et d'alumel (alliage composé de 95% de nickel, 2% de manganèse, 2% d'aluminium et 1% de silicium) de 160 $\mu$ m de diamètre. De la poudre de magnésie maintient l'isolation thermique et électrique entre les trois composants (Figure II-8.a). Pour réduire l'encombrement et, par conséquent, mesurer des zones plus locales, ainsi que pour diminuer le temps de réponse, une soudure chaude avec rétreint à la masse a été préférée. L'extrémité du thermocouple a donc été laminée sur 10mm jusqu'à l'obtention d'une épaisseur de 340 $\mu$ m. L'extrémité de la soudure a été mise en contact avec la gaine de 304L, et non avec la magnésie (Figure II-8.b). Le temps de réponse de ce thermocouple, annoncé par le constructeur, est inférieur à 70ms.

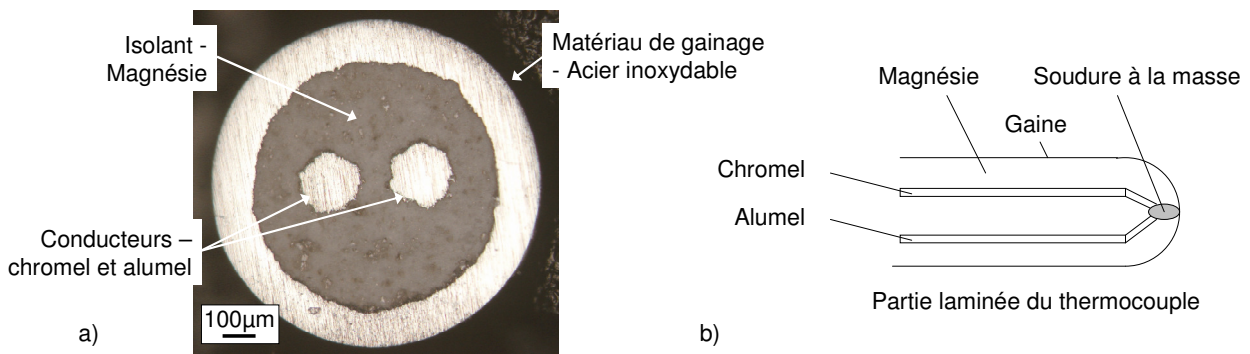


Figure II-8 : a) Image de la partie non laminée et b) schéma de la partie laminée du thermocouple, vue en coupe

## 2.2. Envol d'écaille par choc laser

### 2.2.1. Laser de puissance

Les essais d'écailage et de plaquage d'écaille sur cible ont été effectués au CEA (Bordeaux, France) dans le cadre du projet « ALISE 2007 et 2008 », par M. Boustie, T. de



Resseguier et A. Claverie du Laboratoire de Combustion et Détonique (LCD, CNRS UPR 9028, Poitiers) ainsi que L. Berthe et M. Nivard du GERALP/LALP (ENSAM, Paris).

Le laser de puissance ALISE utilisé pour ces expériences délivre un maximum d'énergie de 156J selon un profil temporel carré d'une durée de 3ns. Le faisceau circulaire incident, dont la longueur d'onde est de 1,06 $\mu$ m, est focalisé sur la cible par un jeu de lentilles jusqu'à 2mm de diamètre.

### 2.2.2. Conditions de choc et écaillage

Les expériences ont été menées dans une enceinte permettant d'atteindre un vide primaire (Figure II-9.a). Ainsi, les écailles projetées n'ont pas été ralenties et les matériaux préchauffés n'ont pas été oxydés. De plus, la gamme de flux laser nécessaire au phénomène d'écaillage ne serait pas permise sous air, avec un confinement eau ou verre. En effet, le seuil de claquage de ces milieux serait atteint lors de la focalisation du faisceau. Les écailles ne pourraient être projetées aux niveaux de vitesse souhaités. En modifiant l'épaisseur de la plaque support (comprise entre 100 et 250 $\mu$ m pour éviter un amortissement trop important du choc) ainsi que le flux laser, les projectiles peuvent être éjectés jusqu'à 1000m.s<sup>-1</sup>. Sauf mention contraire, le diamètre de tache focale a été fixé à 2mm pour ces expériences.

Afin d'étudier l'influence de la température de préchauffage des matériaux sur l'adhérence, un montage chauffant (décrit au Chapitre 3, § 3.1) a été confectionné et relié à un bloc puissance et à régulateur. Ainsi, des températures comprises entre 20 et 500°C ont pu être atteintes. De forme cylindrique, ce dispositif a autorisé les mesures par interférométrie laser (Figure II-9.b).

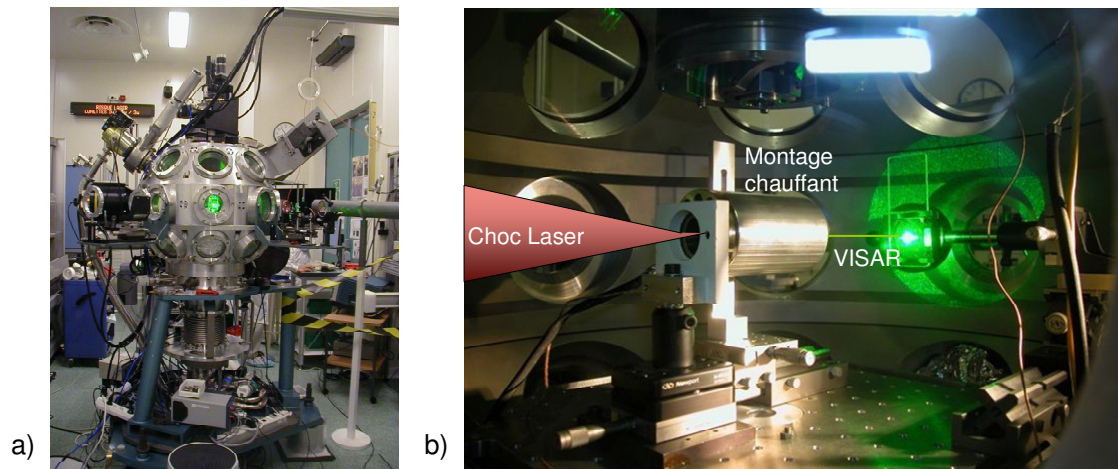


Figure II-9 : Enceinte à vide vue a) de l'extérieur et b) de l'intérieur avec montage chauffant et système VISAR\*

### 2.2.3. Mesure par interférométrie laser

Afin de mesurer la vitesse d'envol des écailles, des mesures par interférométrie laser ont été réalisées lors des expériences d'écaillage, sans cible positionnée en vis-à-vis. Le dispositif permettant la mesure du signal de vitesse de la face arrière de l'échantillon en fonction du temps est constitué de deux parties : un sondeur optique et un interféromètre de type VISAR\* (Velocimetry Interferometer System for Any Reflector) [BARK70] [BARK72].

Le but du sondeur optique (figure II-10.a) est d'éclairer une petite zone de la face arrière à l'aide d'un laser continu à 532nm de type VERDI et d'envoyer deux rayons vers l'interféromètre, l'un sortant directement du laser et l'autre ayant subi une réflexion sur la face arrière en mouvement de l'échantillon et donc présentant un décalage de longueur d'onde par effet Doppler.

Le principe de l'interféromètre VISAR<sup>\*</sup> (figure II-10.b) est fondé sur la méthode de l'interféromètre de Michelson. Le rayon incident emprunte des chemins optiques différents et finissent par interférer au niveau des photomultiplicateurs. C'est la variation de longueur d'onde de la lumière en entrée qui va engendrer une variation de la figure d'interférence. Cette modification permet la mesure de la variation de longueur d'onde, rendant ainsi possible la mesure de la vitesse de la face arrière. L'évolution temporelle de cette vitesse renseigne également quant à une éventuelle décohésion du revêtement (cf. Chapitre 1, § 3.1.2.3).

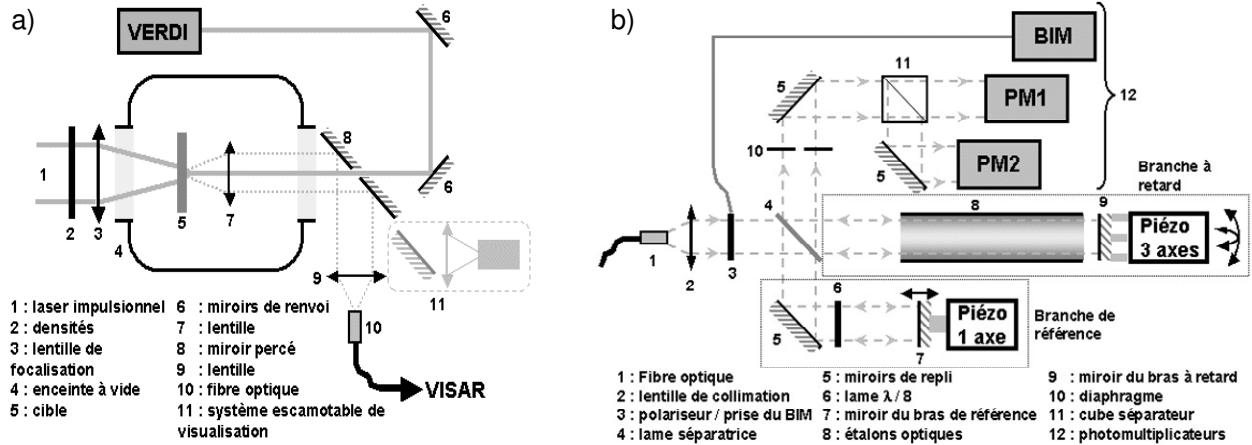


Figure II-10 : Schémas de principe (a) du sondeur optique et (b) de l'interféromètre VISAR<sup>\*</sup>

La mesure de vitesse de face arrière par interférométrie laser a également été utilisée lors des tirs réalisés avec le laser utilisé pour réaliser les essais d'adhérence sur les particules élémentaires (cf. § 3.2). La mesure de vitesse de plaques minces sollicitées à différentes intensités a initialement permis la calibration du laser de puissance. Puis, utilisée lors des essais d'adhérence, cette méthode a autorisé le recalage des simulations numériques correspondant à chaque tir (cf. Chapitre 6, § 2.1).

### 3. ETUDE DES SURFACES ET DES INTERFACES

#### 3.1. Méthodes d'analyse

##### 3.1.1. Préparation des échantillons en coupe

De nombreux échantillons ont été observés en coupe après avoir été enrobés, tronçonnés puis polis minutieusement à l'aide de papiers SiC de grades 600 et 1200, puis de draps durs enduits de pâte diamantée de granulométrie 7, 3, et 1 $\mu$ m. Afin de réduire les effets de beurrage dus au polissage mécanique, une finition par polissage chimique, assuré par un drap de feutre imbibé de silice colloïdale, a été menée dans chaque cas.

Afin de révéler la structure des grains des particules de poudre ou en surface des plaques polies miroir, une attaque chimique de type « Kroll » a été utilisée. L'échantillon doit être immergé durant 15s dans un bain à 20°C composé de 3ml d'acide chlorhydrique, de 5ml d'acide nitrique, de 2ml d'acide fluorhydrique et de 190ml d'eau distillée.

### 3.1.2. Microscopie

#### 3.1.2.1. Microscopie optique

Un microscope binoculaire Axiovert 450M (ZEISS), en lumière directe, a été utilisé pour l'observation des échantillons, en particulier pour le calcul de la rugosité des surfaces mises en contact lors de l'impact par traitement d'image (cf. § 3.1.6.1).

#### 3.1.2.2. Microscopie électronique à balayage

Certaines observations de cette étude ont été réalisées à l'aide d'un MEB\* LEO 450 VP dont la résolution est estimée à 2nm à 30kV, en particulier pour le comptage des particules décollées par choc laser, par comparaison de cartographies avant et après tir (cf. Chapitre 6). Néanmoins, la majorité des images réalisées dans cette étude ont été effectuées avec un microscope électronique ZEISS DSM 982 (GEMINI) à haute résolution, 1nm à 30kV. Equipé d'un canon à émission de champ, cet appareil a permis l'utilisation de basses tensions en conservant une excellente résolution (4nm à 1kV). Ainsi, la morphologie des fines particules, vues de dessus, a, par exemple, pu être visualisée.

Sauf mention contraire, toutes les images MEB\* ont été réalisées avec la détection des électrons secondaires, résultat de l'interaction de la matière avec le faisceau incident. Des électrons sont en effet arrachés au nuage électronique des atomes, suite à des collisions inélastiques avec les électrons incidents sur la cible. Ainsi, la topographie de cette dernière est mise en évidence. Pour des questions de lisibilité et de compréhension, certaines images ont été réalisées en contraste chimique, avec la détection des électrons rétrodiffusés. Ce mode d'observation, qui résulte de l'interaction entre le faisceau incident et le noyau des atomes de la cible, permet d'obtenir des nuances liées à la composition chimique de l'échantillon.

### 3.1.3. Microanalyse X

Par traitement du spectre des RX émis par la cible sous l'effet de l'interaction avec le faisceau électronique incident, en dispersion de longueur d'onde, la microsonde permet l'analyse chimique quantitative des phases composant l'échantillon. Un monocristal taillé assure la détection des RX émis par l'impact des photons qui arrivent parallèlement à un plan cristallographique (h,l,k). Les longueurs d'onde des photos sont ensuite calculées par la loi de Bragg, en faisant varier l'angle d'incidence. Le spectre d'intensité des phases de l'échantillon est ainsi obtenu en fonction de la longueur d'onde. Quatre spectromètres sont utilisés pour effectuer les mesures, dont la résolution est d'environ  $1\mu\text{m}^3$  et dont la précision est assurée par un étalonnage préalable sur des échantillons de matériaux de référence.

Ces mesures, réalisées en une position donnée sous trois tensions d'accélération différentes, permettent l'estimation de l'épaisseur de couches minces en surface de l'échantillon telle que la couche d'oxyde [POUC93] [POUC02]. En effet, la forme de la poire d'interaction diffère selon la tension employée. Ainsi, l'intensité des éléments présents sur les premières couches en dessous de la surface varie d'une mesure à l'autre, en un point donné. L'épaisseur est ensuite estimée à l'aide du logiciel PeakSight®. Cette technique a été utilisée avec des accélérations de 4, 8, et 10kV afin d'approcher l'épaisseur de la couche d'oxyde présente en surface des cibles et des projectiles.

L'erreur de mesure induite par cette méthode est minimisée lorsqu'au moins un élément contenu dans la couche mince n'est pas présent dans le reste de l'échantillon. D'autre part, la première mesure doit être effectuée à basse tension. En effet, chaque analyse pollue la surface par le dépôt d'une fine pellicule de carbone. Les mesures à tension plus élevées induisent des poires d'interaction plus profondes et passent ainsi outre la perturbation engendrée. Afin de supprimer irrévocablement cette incertitude, responsable de la sous-estimation de l'épaisseur de la couche considérée, les trois analyses devraient être effectuées sur des points espacés d'un micron environ. Ainsi, la contamination par carbone serait minimale. Toutefois, cette approche nécessite de considérer l'épaisseur de la couche mince constante sur la zone de mesure. Pour les mesures réalisées sur les particules les plus fines, la courbure de la surface considérée peut également poser problème.

### 3.1.4. Nanoindentation

La dureté des matériaux à l'échelle nanométrique, dans les grains des particules ou à la surface des cibles, a été mesurée par technique de nanoindentation. Le principe est de repérer la zone à indenter à l'aide de la microscopie à force atomique puis de faire pénétrer une pointe de géométrie connue dans l'échantillon et de suivre l'évolution de son enfoncement en fonction de la charge appliquée. Ainsi, la dureté des grains des particules de poudre et de ceux présents en surface des cibles et des plaques de cuivre, destinées à l'écaillage, a pu être estimée.

Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un nanoindenteur (Triboscope<sup>®</sup>, Hysitron SA) couplé à un microscope à force atomique (Digital Instrument 3100), au laboratoire des Milieux nanométriques (LMN, Université d'Evry – Val d'Essonne), avec l'aide de N. De Dave (CDM, Ecole des Mines de Paris). L'indenteur utilisé est une pointe diamant de type Berkovich, de géométrie pyramidale à base triangulaire ayant un rayon de courbure variant entre 50 et 150nm [MAI03]. La courbe de déchargement est directement liée à la dureté par la relation [MACI07] [OLI92] (Figure II-11):

$$H = \frac{P_{\max}}{A(h_c)} \quad (\text{Eq. II.1})$$

avec	H :	la naodureté du matériau éprouvé
	$P_{\max}$ :	la charge maximale d'indentation
	A :	l'aire de contact projetée de l'empreinte laissée
	$h_c$ :	la profondeur de l'indentation ou profondeur de contact

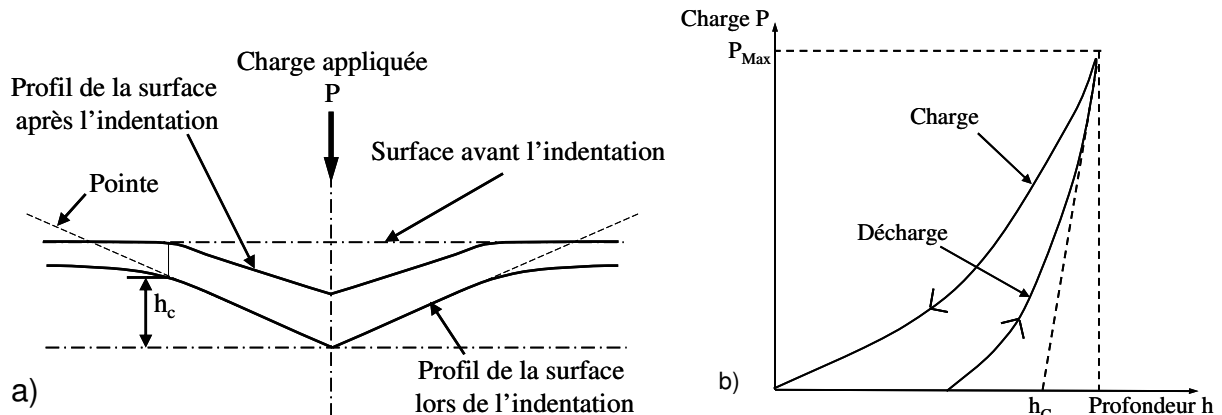


Figure II-11 : a) Schéma de l'indentation [OLI92] et b) courbe de charge-décharge en régime élasto-plastique

Les mesures de nanoindentation permettent la détermination du module élastique du matériau considéré, à partir du module élastique réduit (puisque la rigidité de l'indenteur n'est pas infinie) qui s'exprime au travers des relations :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (\text{Eq. II.2}) \quad \text{et} \quad \frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu)^2}{E} + \frac{(1-\nu_i)^2}{E_i} \quad (\text{Eq. II.3})$$

avec  $E_r$ , le module d'élasticité réduit du matériau  
 $E$ , le module d'élasticité du matériau  
 $\nu$ , le coefficient de Poisson du matériau  
 $E_i$ , le module d'élasticité de l'indenteur (égal à 1017GPa)  
 $\nu_i$ , le coefficient de Poisson de l'indenteur (égal à 0,07)  
 $S$ , la raideur de contact

### 3.1.5. Analyses en microscopie électronique en transmission

#### 3.1.5.1. Préparation de lames minces

L'obtention de lames minces, selon leur diamètre, de particules de 10µm de diamètre dispersées à la surface du substrat se relève irréalisable par les techniques classiques de préparation, comme l'érosion ionique. L'utilisation de la technique du faisceau d'ions lourds focalisés ou FIB\* (« Focused Ion Beam ») est donc indispensable. La préparation des lames minces a été réalisée en collaboration avec l'Université de Tohoku (Japon) et leur observation a été menée avec M.H. Berger (CDM, MINES ParisTech).

Le FIB\* FB-2000A (Hitachi) présente les mêmes caractéristiques qu'un microscope électronique à balayage. Outre son canon à électrons, il est équipé d'un canon à ions gallium Ga dont le rôle est d'abraser l'échantillon, et d'une source d'ions tungstène qui permet la réalisation de dépôts protecteurs (indispensable avant toute abrasion ionique). Le faisceau d'ions gallium pourrait, en effet, détériorer la lame si celui-ci n'était pas parfaitement focalisé.

Une particule à abraser est repérée à la surface de l'échantillon (Figure II-12). Le faisceau d'ions gallium est ensuite accéléré à 30kV et asservi en mode balayage, à différentes intensités, pour une géométrie prédéfinie. Celui-ci creuse ainsi en biseau la matière sur une épaisseur de plusieurs microns, laissant apparaître l'ébauche d'une lame. Cette routine est réalisée sous trois courants afin d'abraser le matériau sans l'endommager et affiner ainsi les contours de la lame : une lame grossière d'environ 1,5µm d'épaisseur est dessinée sous un courant de 5nA, puis une abrasion à 1nA l'amincit jusqu'à 1µm d'épaisseur, et enfin une découpe fine à 300µA redessine nettement les contours et réduit l'épaisseur jusqu'à 500nm. L'échantillon est ensuite incliné à 45° afin que la base de la lame restante puisse être découpée. Une lame d'environ 500nm d'épaisseur peut ainsi être extraite à l'aide d'un bras mécanique, micromanipulateur, pour être déposée sur une grille de molybdène. Après accroche par dépôt de tungstène sur les bords, la lame est amincie jusqu'à une épaisseur de 100nm, sous un courant de 100µA, avant de pouvoir être observée en transmission.

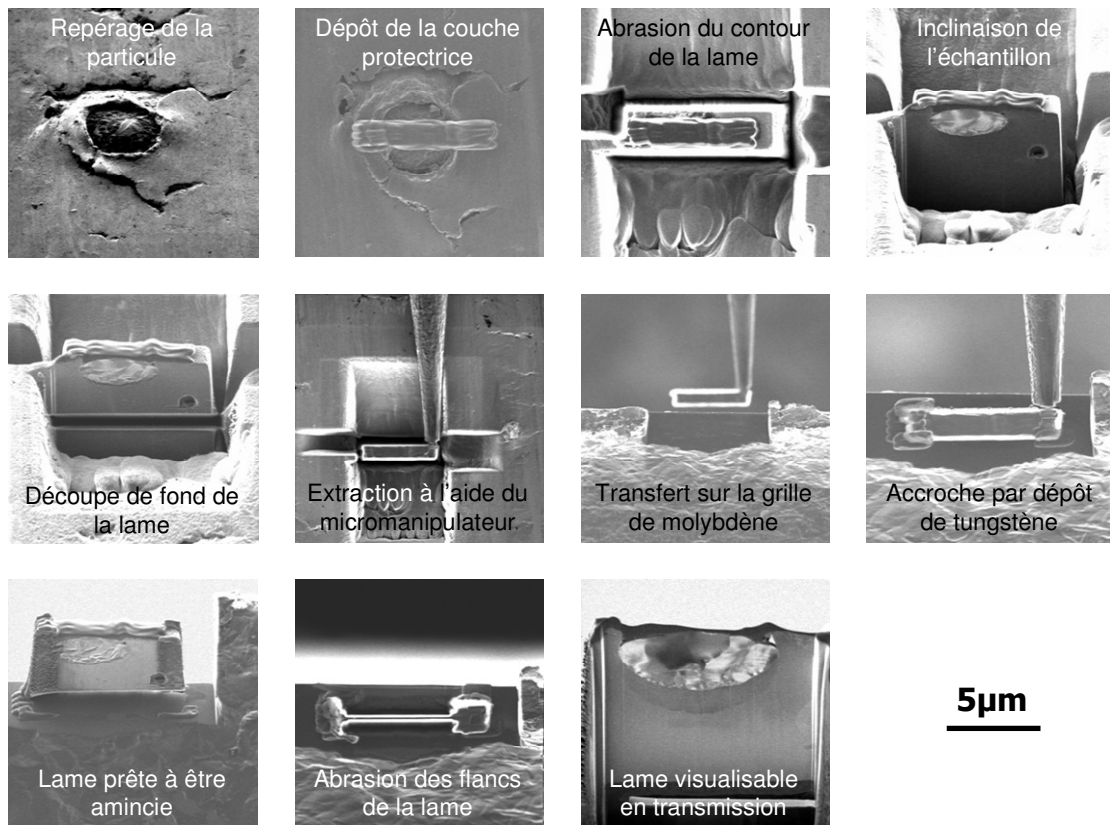


Figure II-12 : Principe de l'élaboration d'une lame mince par procédé FIB\* – description des étapes majeures

Les lames minces réalisées à l'interface entre l'écaille et le substrat ont également été réalisées par FIB\*. La technique de préparation reste identique. L'interface à observer sur la lame n'est simplement plus horizontale mais verticale (Figure II-13).

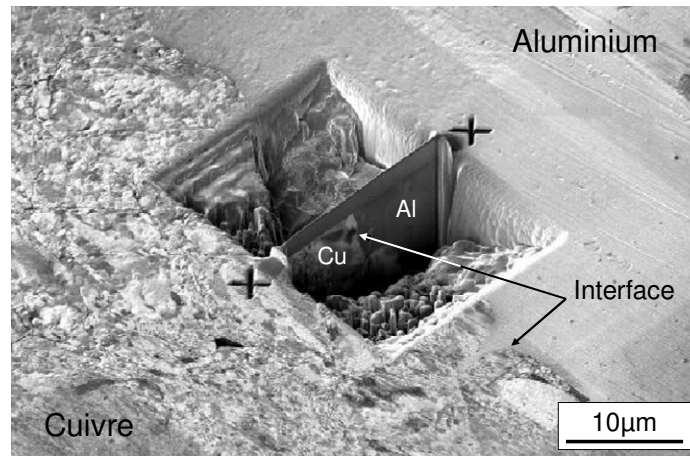


Figure II-13 : Elaboration d'une lame mince par procédé FIB\* à l'interface entre l'écaille et la cible

### 3.1.5.2. Observations et analyses

Les observations en microscopie électronique en Transmission (MET\*) ont été réalisées à l'aide d'un microscope TECNAI F-20ST, à canon à émission de champ, en mode TEM (« Transmission Electron Microscopy ») ou STEM\* (« Scanning Transmission Electron Microscopy »), équipé de détecteurs BF (« Bright Field » ou fond clair), DF (« Dark Field » ou fond noir), HAADF (« High Angle Annular Dark Field ») et d'un système d'analyse EDX\*

(« Energy Dispersive X-ray »). Une tension de 200kV a été adoptée pour l'imagerie et les analyses. Les profils X ont été réalisés en mode STEM\*, avec une sonde de 2nm environ. En effet, la poire d'interaction électron-matière ne s'élargit que pour des épaisseurs supérieures à 100nm, selon la nature de la cible considérée. Ainsi, l'utilisation d'une haute tension offre une grande résolution pour les analyses.

Certaines images ont été réalisées en mode « HAADF », qui correspond au fond noir annulaire à grand angle, avec une longueur de caméra de 200mm. Ainsi, la récupération des électrons diffusés inélastiquement au travers du matériau est rendue possible et permet de conférer un contraste chimique à l'image.

Des analyses EFTEM\* (« Energy Filtered Transmission Electron Microscopy », reposant sur le principe de la spectroscopie par perte d'énergie EELS (« Electron Energy Loss Spectroscopy »), ont été réalisées. Cette technique permet d'établir une cartographie indiquant la présence d'un élément constituant l'échantillon par l'analyse, après interaction avec ce dernier, d'une fraction spécifique des électrons initialement isoénergétiques. En effet, après interaction avec la matière et discrimination par passage par un prisme magnétique, l'ensemble des électrons sont filtrés en fonction de leur énergie perdue. Cette dernière dépend de l'énergie de liaison de l'électron secondaire formé, caractéristique d'un l'élément dans l'échantillon. La sélection des seuls électrons ayant perdu une certaine quantité d'énergie, correspondant à l'élément recherché, donne alors accès à une cartographie de la zone analysée. Afin de pallier les perturbations engendrées par le fond continu, l'acquisition et la comparaison de plusieurs clichés sont nécessaires, pour différents niveaux d'énergie.

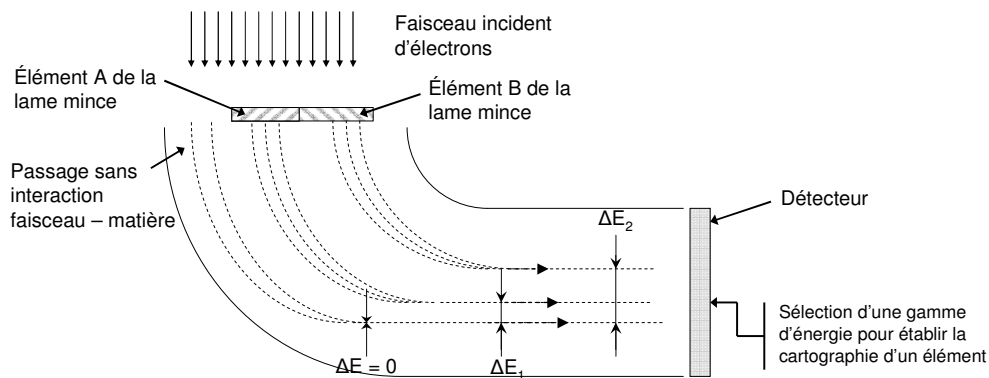


Figure II-14 : Schéma du dispositif de détection et d'identification des éléments par analyse EFTEM

### 3.1.6. Analyse d'image

Dans cette étude, deux techniques d'analyse d'image 2D et 3D ont été réalisées afin de déterminer la rugosité de surface des échantillons avant projection et la morphologie des écailles. Les analyses ont été menées sur des images dont les grossissements permettaient de déceler les détails de rugosité et de déformation.

#### 3.1.6.1. Rugosité de surface

Les rugosités de surface des matériaux avant projection ont été estimées avec le logiciel « AFFIMAGE », développé par Cyril Bolis, au Laboratoire pour l'Application des Lasers de Puissance, LALP/GERALP (ENSAM, Paris). Après coupe transversale des échantillons considérés, des images ont été réalisées en microscopie optique. Un seuillage des niveaux de gris a permis la sélection d'une ligne de délimitation de la surface du matériau. Les paramètres de rugosité  $R_a$ ,  $R_t$  et  $R_z$ , définis ci-après, sont ensuite calculés à partir des coordonnées des pixels de la ligne de démarcation définie.

Ces trois paramètres ne suffisent pas, en théorie, à qualifier de manière précise la rugosité des surfaces. D'autres coefficients pourraient être pris en compte afin de mieux rendre compte de la morphologie [THOM82] [ZEC03]. Toutefois, les échantillons analysés sont « polis miroir » et ne présentent pas d'aspérité anguleuse à l'échelle considérée. De plus, seule la nature sphère sur plan ou plan sur plan est prise en compte dans cette étude. Les paramètres complémentaires de rugosité ne seront par conséquent pas estimés.

Le paramètre Ra est défini par la relation :  $Ra = \frac{1}{L_m} \int_{x=0}^{x=L_m} |y| dx$  (Eq. II.4),

avec  $L_m$ , la distance projetée entre le début et la fin de la ligne  
y, la distance de chaque point de la ligne à la droite des moindres carrés

Ce paramètre est calculé à partir des coordonnées de chaque pixel de la ligne qui définit la surface de l'échantillon considéré, par calcul de la droite des moindres carrés de l'ensemble des points. Afin d'approcher de manière discrète l'intégrale qui intervient dans la formule du Ra, les distances de chaque pixel de la ligne à la droite des moindres carrés sont déterminées et additionnées.

Le paramètre Rt représente le maximum d'amplitude verticale du profil qui définit la surface. Les coordonnées verticales de tous les points sont donc comparées et les extremums sont conservés. Le paramètre Rz est défini comme une moyenne arithmétique des cinq valeurs de Rt sur cinq segments du profil considéré.

### 3.1.6.2. Morphologie et rugosité

La technique de reconstruction 3D par stéréoscopie a été utilisée afin de visualiser la rugosité au fond des cratères laissés sur la plaque support après écaillage de cette dernière (cf. Chapitre 3, § 1.4.2). D'autre part, cette méthode a permis la visualisation 3D de la déformation de cette plaque support afin de mettre en évidence les phénomènes survenant durant l'écaillage.

Trois clichés d'une même zone sont pris au MEB\* en inclinant l'échantillon à  $-5^\circ$ ,  $0^\circ$  puis  $5^\circ$ , à un grossissement suffisant pour résoudre les détails que l'on souhaite observer. Parce que la détection des électrons secondaires renseigne sur la topographie de la zone observée (cf. § 3.1.2.2.), chaque image présentera des zones d'ombre et des intensités lumineuses différentes (Figure II-15). Ces dernières dépendent en effet de la position du capteur et de la quantité d'électrons détectée. Par comparaison de ces zones à l'aide des versions 4.1 et 4.2 du logiciel « MeX® », une surface topographique 3D peut être reconstituée. Ainsi, la rugosité de la surface peut être calculée et les déformations appréhendées.

Pour éviter toute erreur lors de la reconstruction 3D, le MEB\* utilisé pour acquérir les trois images nécessaires doit être réglé de manière eucentrique par rapport à la zone considérée de l'échantillon. L'axe de basculement (ou « tilt ») de l'échantillon et le faisceau d'électrons doivent donc appartenir au même plan.

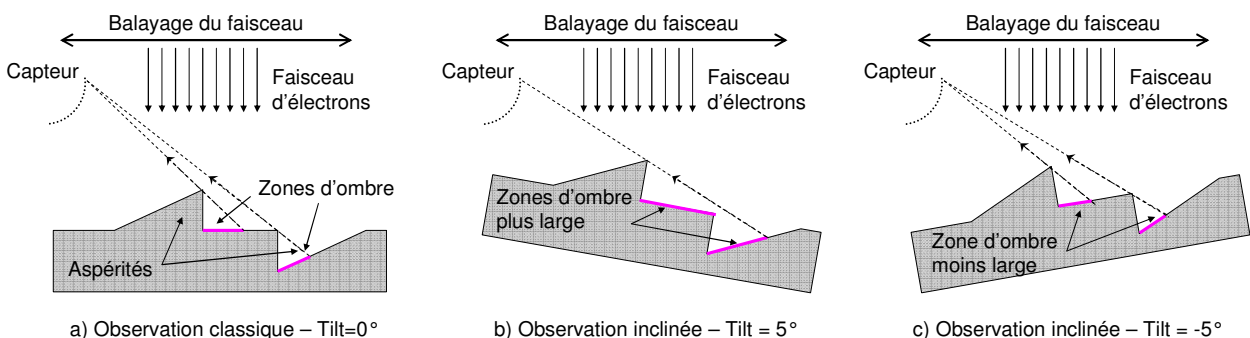


Figure II-15 : Schéma d'une zone observée à trois inclinaisons et présentant des zones d'ombre différentes



### 3.2. Caractérisation mécanique par essai d'adhérence par choc laser LASAT\* (« LAsEr Shock Adhesion Test »)

#### 3.2.1. Chaîne laser et conditions

Les essais d'adhérence sur les particules élémentaires ont été effectués au Laboratoire de Combustion et Détonique (LCD, CNRS UPR 9028, Poitiers). Le laser utilisé (Figure II-16) délivre une énergie de 20J environ sur une tache focale dont le diamètre peut être compris entre 3000 et 250µm. L'installation permet de maintenir le choc pendant environ 25ns sans confinement, et atteint 40ns avec un confinement eau. Sauf mention contraire, les tirs ont été réalisés sous atmosphère ambiante, avec un confinement eau. La face irradiée par l'impulsion laser est systématiquement celle non revêtue par les particules élémentaires. Appliquer le choc sur la face opposée ancrerait d'avantage les particules au lieu de les décoller. L'épaisseur des substrats sollicités a été fixée à 2,7mm et a été obtenue par polissage avant projection cold spray. Des atténuateurs (densités optiques) ont été utilisés afin de diminuer l'intensité de chargement tout en conservant le même diamètre de faisceau. Ainsi, le niveau de traction induit à l'interface entre les particules et le substrat a été modifié. Dans ce mémoire, avant calcul des contraintes par simulation numérique, les tirs réalisés ont été différenciés à l'aide de la densité de puissance (en GW.cm<sup>2</sup>) apportée, définie par la relation :

$$\varphi = \frac{E_{\max} \cdot A_{(\%)}}{\phi_{\text{tache}} \cdot \tau_{\text{impulsion}}} \quad (\text{Eq. II.5})$$

avec :  $E_{\max}$ , l'énergie délivrée par le laser lors du tir  
 $A_{(\%)}$ , le coefficient d'atténuation du faisceau (compris entre 0 et 1)  
 $\phi_{\text{tache}}$ , le diamètre de la tache focale  
 $\tau_{\text{impulsion}}$ , la durée d'impulsion du choc

Chaque bras du laser comporte un oscillateur déclenché, dont la fréquence de fonctionnement est de 10 Hz, constitué de deux miroirs dont l'un n'est pas totalement réfléchissant. Le faisceau issu de l'oscillateur passe tout d'abord à travers un étage de préamplification, puis par une succession de barreaux amplificateurs de diamètres croissants (8, 16 et 25mm). Ils sont constitués de cristaux (verre phosphate) dopés par des ions néodyme, éléments dont la transition entre l'un des états excités et l'état fondamental est utilisée pour obtenir l'effet laser. La longueur d'onde obtenue est alors de 1,06µm. Les photons sont émis en plaçant des lampes flash autour des barreaux. Le refroidissement continu des barreaux par circulation d'eau permet d'éviter les changements inopinés de leurs caractéristiques optiques et assure ainsi une certaine homogénéité du faisceau émis.

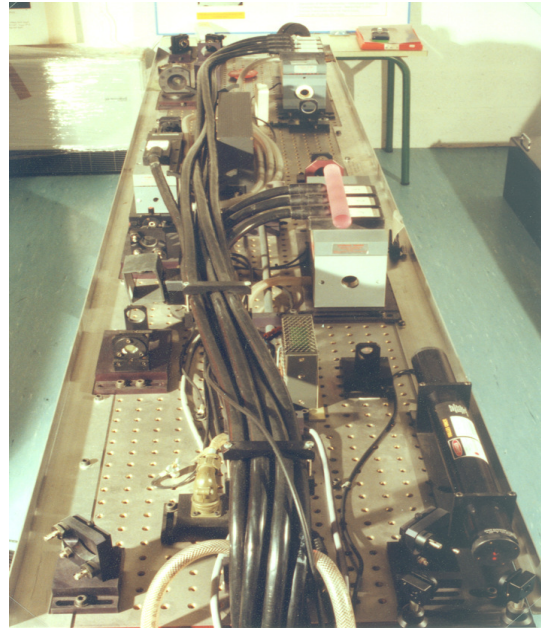


Figure II-16 : Chaîne d'amplification du laser LCD 30J

### 3.2.2. Analyse de l'endommagement

Usuellement, l'endommagement des échantillons sollicités par choc laser est détecté par le système d'interférométrie laser VISAR\* (« Velocimetry Interferometer System for Any Reflector ») [BARR04] [KOBA04] (cf. § 2.2.3). Toutefois, l'analyse de celui des particules ne nécessite et n'autorise pas la mise en place d'une telle technique. En effet, le diamètre de focalisation du faisceau du laser VERDI de 5W utilisé pour la mesure de vitesse de face arrière de l'échantillon éprouvé est supérieur à la taille des particules. Le signal diffus émanant de la face arrière de ces dernières est donc noyé par celui retourné par la face arrière du substrat. Dans cette étude, il pourrait suffire de s'assurer que les particules élémentaires initialement présentes sur la face arrière du substrat aient été décollées du fait de la traction générée par le choc. Pour cela, deux possibilités s'offrent à nous.

La première consiste à visualiser au microscope la face arrière de l'échantillon avant et après choc, puis à comparer le nombre de particules et de cratères pour déterminer le nombre de particules décollées. Plus le choc est intense, plus elles se décollent en nombre. Il est ainsi possible de déterminer un seuil en flux d'énergie laser pour arriver au décollement d'un pourcentage de particules sur l'échantillon. Cette méthode sera appliquée dans la suite de cette étude afin d'estimer, au moyen de simulations numériques, le seuil d'adhérence en traction des particules en fonction de leurs conditions de projection (cf. Chapitre 6).

Une seconde technique consiste à placer une plaque de PMMA (Polyméthacrylate de méthyle), ou en métal de dureté bien inférieure à celle du cuivre, en aval de la face arrière de l'échantillon, distante de quelques centaines de microns et de compter après choc le nombre de particules qui se seraient décollées de l'échantillon pour s'ancrer dans le plastique (Figure II-17). Une analyse du PMMA a posteriori permettrait de mettre en évidence le décollement des particules. De plus, le nombre et la forme des cratères engendrés par leur impact informent sur la vitesse relative de décollement. Ainsi, par simulation numérique de l'ancrage des splats\* dans le PMMA et comparaison des profondeurs de pénétration, le seuil d'adhérence entre la particule et le substrat peut être retrouvé et de nouveaux critères d'adhérence proposés.

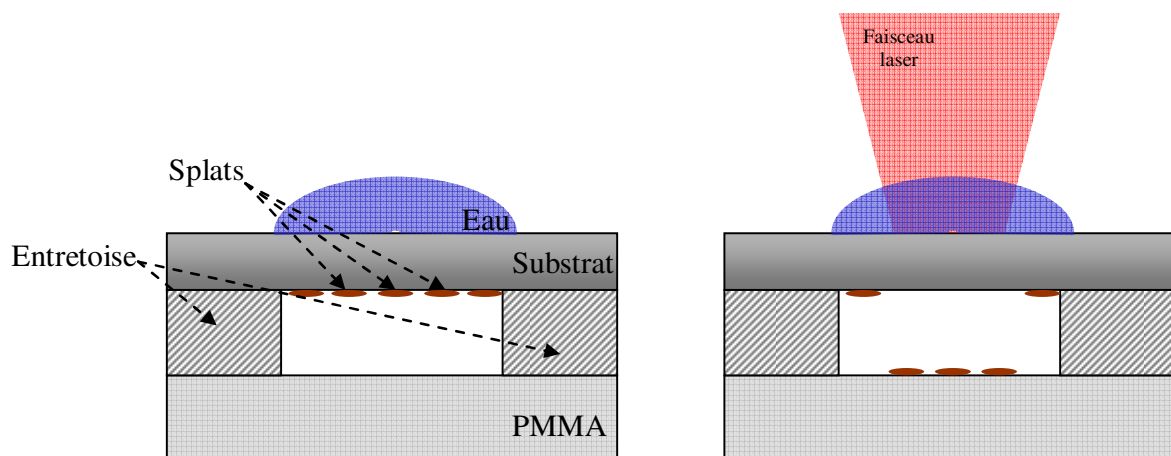


Figure II-17 : Dispositif expérimental pour l'étude du décollement des particules par essai LASAT\*

## 4. OUTILS DE SIMULATION NUMERIQUE

### 4.1. Simulations monodimensionnelles

Afin de calibrer le laser de puissance utilisé pour les essais d'adhérence (cf. § 3.2.1.), le code hydrodynamique « SHYLAC », développé au Laboratoire de Combustion et Détonique (LCD, ENSMA, Poitiers), a été utilisé [MART87] [COTT89]. Celui-ci décrit convenablement les mécanismes liés à la propagation monodimensionnelle des ondes de choc [ANTO03], à partir d'un chargement mécanique ou énergétique appliqué à la première maille, la condition limite. Pour cela, ce code calcule, pour chaque maille, l'intensité des variables thermodynamiques et cinétiques à chaque pas de temps. Ces calculs sont régis par les équations usuelles de conservation et d'état décrites au Chapitre 1, § 2.2. Ainsi, les simulations permettent d'accéder à l'évolution spatiale et temporelle de la pression et de la vitesse, y compris en face arrière de la cible.

Des matériaux multicouches peuvent également être considérés ; dans cette étude, ces simulations ont ainsi offert la possibilité de quantifier l'influence du confinement eau sur l'intensité et la durée du choc généré (cf. Chapitre 6, § 2.1.1). Néanmoins, la validité de ces calculs repose sur la propagation monodimensionnelle des ondes de choc et suppose ainsi de considérer des matériaux peu épais. Pour déterminer avec plus d'exactitude la sollicitation mécanique générée par l'irradiation, le résultat de ces simulations a constitué la condition limite de simulations bidimensionnelles plus représentatives.

### 4.2. Simulations bidimensionnelles

Pour les essais d'adhérence appliqués aux particules élémentaires ainsi que pour l'impact des projectiles, la géométrie des matériaux considérés a imposé l'utilisation de la modélisation bidimensionnelle des phénomènes étudiés. Le comportement des matériaux sous contrainte dynamique a ainsi été retranscrit avec plus d'exactitude à l'aide du logiciel commercial « Abaqus® » de simulation par éléments finis.

#### 4.2.1. Essais d'adhérence et calibration

La modélisation numérique de l'essai d'adhérence par choc laser appliqué aux particules élémentaires a été réalisée au Centre Des Matériaux de MINES ParisTech, en deux dimensions, à l'aide du logiciel « Abaqus® ». Des modèles explicites axisymétriques, dans l'hypothèse de déformations planes, ont été développés pour ces simulations. Les équations de propagation des ondes de choc restent similaires à celles utilisées lors des simulations monodimensionnelles. Toutefois, le choc laser est ici uniquement simulé par l'application d'une pression de contact sur la surface du matériau irradié, sur une distance équivalente au rayon de la tache focale. Connaissant le flux sélectionné expérimentalement, la pression à appliquer a été déterminée par calibration préalable du laser. Une seconde calibration a néanmoins été réalisée par comparaison de la vitesse de face arrière obtenue par simulation et mesurée expérimentalement lors de chaque essai d'adhérence.

Sauf mention contraire, le comportement des matériaux est décrit par une loi élasto-plastique de type « Johnson-Cook » [JOHN83] [JOHN93], en utilisant les caractéristiques mécaniques du cuivre et de d'aluminium purs et massifs. Le taux de déformation des matériaux est alors pris en compte. La relation contrainte – déformation est définie par la relation :

$$\sigma_{J-C} = \left( A + B(\varepsilon)^n \right) \left( 1 + C \ln \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \left( 1 - \left( \frac{T - T_0}{T_{fusion} - T_0} \right)^m \right) \quad (\text{Eq. II.6})$$

avec :

- $A$ , la limite d'élasticité du matériau,
- $B$ , le module d'écrouissage,
- $n$ , le coefficient d'écrouissage,
- $C$ , le coefficient sur le taux de déformation,
- $\dot{\varepsilon}_0$ , le taux de déformation de référence,
- $T_0$ , la température de référence (300 K)
- $T_{fusion}$ , la température de fusion du matériau,
- $m$ , l'exposant sur la température.

La faible intensité des chocs induits dans les matériaux indique que les mécanismes induits restent isothermes (cf. Chapitre 1, § 2.1 et § 2.2). Par conséquent et contrairement aux simulation numériques d'impact des projectiles (cf. § 4.2.2), les propriétés thermiques des matériaux n'ont pas été considérées et l'évolution de la température a été imposée nulle pour la simulation des essais d'adhérence et de calibration.

Le maillage des différents échantillons simulés ne sont pas toujours les mêmes. Ils peuvent être plus ou moins raffinés et à espacement constant ou progressif selon les calculs. Cependant, la finesse est dans chaque cas suffisamment grande pour respecter le critère suivant : la distance parcourue par l'onde pendant le pas de temps  $\Delta t$  doit être supérieure à la longueur de la maille. Ainsi, la stabilité des calculs explicites a été assurée.

$$\Delta t_{calcul} \cdot C_{onde} \geq L_{maille} \quad (\text{Eq. II.7})$$

La célérité est de  $5386 \text{ m.s}^{-1}$  dans l'aluminium et de  $3933 \text{ m.s}^{-1}$  dans le cuivre (cf. Annexe 1). Si le pas de temps moyen est de 50 picosecondes, alors les mailles des échantillons d'aluminium ne doivent pas excéder 270nm et celles de cuivre, 200nm.

Les éléments utilisés pour les calculs sont de type quadrangles linéaires réduits optimisés pour les déformations planes (notés CPE4R sous Abaqus®).

Un modèle équivalent a été sélectionné pour mener la calibration du laser de puissance et ainsi établir la relation entre le flux utilisé et la pression de contact mécanique induite à la surface de la cible. Cette condition limite, provenant du calcul monodimensionnel, a été le paramètre à optimiser.

#### 4.2.2. Impact des projectiles

La modélisation numérique de l'impact des projectiles sur leur substrat a également été réalisée au Centre Des Matériaux de MINES ParisTech, en deux dimensions, à l'aide du logiciel « Abaqus® ». Des modèles explicites axisymétriques similaires à ceux décrits pour les essais d'adhérence ont été développés. En revanche, l'intense déformation plastique des matériaux a nécessité la prise en compte des interactions thermomécaniques.

### 4.3. Simulations tridimensionnelles

La modélisation par élément finis des expériences de chauffage par passage du pistolet cold spray au-dessus du thermocouple d'une part, et au-dessus du substrat d'autre part, a été réalisée à l'aide du code de calcul « Zebulon<sup>®</sup> », développé par l'Ecole des Mines de Paris / MINES ParisTech. Les phénomènes de convection forcée, représentatifs de l'échange entre le jet cold spray et le substrat, ainsi que les phénomènes de diffusion ont été modélisés. Les simulations menées reposent sur un simple bilan énergétique :

$$\int_V \rho \dot{E} dV = \int_S \underline{q} \cdot \underline{n} dS + \int_V r dV \quad (\text{Eq. II.8})$$

avec  $\dot{E}$  le taux d'énergie interne  
 $\underline{q}$  le flux de chaleur  
 $r$  une source externe volumique de chaleur  
 $\underline{n}$  le vecteur normal.

Dans cette étude, le rayonnement du gaz est supposé n'avoir aucune influence sur la température du substrat. Le terme correspondant à la source externe de chaleur est, par conséquent, négligeable devant l'échauffement par convection forcée. D'autre part, les transferts de chaleur conductif et convectif mis en jeu dans ces simulations suivent les lois :

$$\underline{q}_{\text{diffusion}} = -\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial \underline{x}} \quad (\text{Eq. II.9}) \quad \text{et} \quad \underline{q}_{\text{convection}} = h.(T_{\text{fluide}} - T) \quad (\text{Eq. II.10})$$

avec  $\lambda$  la conductivité thermique  
 $T(\underline{x})$  le champ de température  
 $\underline{x}$  la position courante  
 $h$  le coefficient d'échange convectif.

Puisque l'on néglige tout phénomène mécanique dans la modélisation de l'échauffement par passage du jet cold spray, l'énergie interne est une énergie thermique. L'équation de la chaleur s'écrit alors :

$$\int_V \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} dV = - \int_S \lambda(T) \frac{\partial T}{\partial \underline{x}} \cdot \underline{n} dS + \int_S h \frac{\partial T}{\partial \underline{x}} \cdot \underline{n} dS \quad (\text{Eq. II.11})$$

avec  $C_p$  La capacité calorifique à pression constante.

L'approche de Galerkin est ensuite appliquée à ce bilan et aboutit à l'obtention de sa forme variationnelle. Après intégration par partie, la fonction test  $\delta T$  qui vérifie les conditions limites ainsi que le vecteur des fonctions d'interpolation  $\underline{N}(\underline{x})$  qui permet la discrétisation spatiale de la température, sont ensuite insérés dans l'équation. La forme obtenue est enfin discrétisée temporellement, par un algorithme implicite, afin de parvenir à l'expression suivante, résolue par la méthode de Newton-Raphson :

$$\int_V \underline{N} \rho C_p \frac{(T_{t+\Delta t} - T_t)}{\Delta t} dV = - \int_V \lambda \frac{\partial \underline{N}}{\partial \underline{x}} \cdot \frac{\partial \underline{N}}{\partial \underline{x}} T_n dV + \int_S h.(T_{\text{fluide}} - T_n \cdot \underline{N}) dS \quad (\text{Eq. II.12})$$

---

*Chapitre 3 :*  
*Détermination des conditions d'impact*

---



# Chapitre 3 :

## Détermination des conditions d'impact

### Sommaire

<b>1. PROPRIETES DES POUDRES, DES ECAILLES ET DES CIBLES .....</b>	<b>78</b>
1.1. Oxydation des matériaux.....	78
1.2. Microstructure .....	78
1.3. Propriétés mécaniques .....	79
1.4. Morphologie .....	80
1.4.1. Rugosité des substrats et de la plaque de cuivre.....	80
1.4.2. Morphologie de l'écaille avant impact .....	80
1.4.2.1. Analyse de la plaque support .....	80
1.4.2.2. Analyse de l'écaille en vol .....	84
1.4.2.3. Analyse de l'écaille adhérent à la cible .....	85
1.5. Conclusion et perspectives .....	86
<b>2. VITESSE D'IMPACT DES PROJECTILES.....</b>	<b>86</b>
2.1. Impact des écailles .....	86
2.1.1. Détermination par interférométrie laser .....	86
2.1.2. Détermination par ombroscopie .....	88
2.2. Impact des particules .....	89
2.2.1. Mise en évidence du différentiel de vitesse.....	89
2.2.2. Sélection des particules .....	90
2.2.2.1. Obtention des particules élémentaires.....	90
2.2.2.2. Utilisation d'un masque .....	90
2.2.3. Estimation de la vitesse par système optique .....	91
2.2.3.1. Dispositif expérimental .....	91
2.2.3.2. Choix de la distance de projection .....	92
2.2.3.3. Influence des conditions de projection.....	93
2.2.3.4. Influence du masque sur la vitesse des particules .....	94
2.2.4. Estimation de la vitesse par simulation numérique .....	97
2.3. Conclusion et perspectives .....	98
<b>3. TEMPERATURE AVANT IMPACT .....</b>	<b>98</b>
3.1. Procédé d'écaillage par choc laser .....	98
3.2. Procédé cold spray .....	99
3.2.1. Température de la zone d'impact du jet .....	99



3.2.2. Coefficient d'échange convectif de la zone d'impact du jet .....	101
3.2.2.1. Mesure dynamique de température .....	101
3.2.2.2. Modélisation du thermocouple .....	102
3.2.2.3. Calcul du coefficient d'échange convectif .....	103
3.2.2.4. Discussion .....	105
3.2.3. Température de surface de la cible .....	106
3.2.3.1. Température de surface lors d'une projection sans masque .....	106
3.2.3.2. Température de surface lors d'une projection avec masque .....	109
3.2.4. Température d'une particule projetée par cold spray .....	109
3.2.5. Influence de la température des matériaux sur l'impact .....	110
3.2.5.1. Dispositif expérimental d'accélération de poudre par choc laser .....	110
3.2.5.2. Effet de la température .....	112
3.2.5.3. Modélisation numérique du procédé d'envol par choc laser .....	113
3.3. Conclusion et perspectives .....	115
<b>4. CONCLUSION.....</b>	<b>117</b>

Les projectiles mis en vitesse par projection dynamique par gaz froid ou « cold spray » et par écaillage laser entrent en collision puis adhèrent à des cibles maintenues fixes. Afin de comprendre les phénomènes survenant aux interfaces et l'adhérence générée par ces impacts, il convient d'en déterminer les conditions, juste avant que le projectile n'entre en contact avec la cible. L'identification puis la quantification de ces dernières fera l'objet de ce chapitre.

Outre le caractère confiné ou non de l'impact, les conditions peuvent être d'ordre mécanique, thermique ou métallurgique et concernent les projectiles et les cibles. Ainsi, expériences et simulations numériques se sont complétées pour leur quantification.

Dans un premier temps, la détermination de la morphologie des projectiles et des cibles doit être réalisée afin de valider le caractère 1D ou 2D des impacts. L'analyse de l'état métallurgique des matériaux doit parallèlement être menée puisque celui-ci influence l'évolution des phénomènes apparaissant aux interfaces pendant l'impact et, par conséquent, l'adhérence des projectiles sur les cibles.

Puis, la vitesse d'impact des projectiles sera estimée. En fonction des paramètres du procédé cold spray ou d'écaillage choisis pour générer les impacts, les différences de vitesse seront mises en évidence. Cela permettra de déterminer des conditions pour lesquelles les vitesses engendrées seront les plus élevées et suffisamment variées pour être susceptibles d'influer sur l'adhérence. Dans le cas du cold spray, la conception d'un système permettant de discriminer les particules en fonction de leur vitesse d'impact est indispensable. L'influence rétroactive de ce système sur les vitesses d'impact sera également déterminée.

Enfin, la température des matériaux avant l'impact devra être estimée pour les deux procédés. L'importance de l'influence de ce paramètre sur l'adhérence sera étudiée. L'influence sur cette température de la mise en place du système de classification des particules sera également mise en évidence.

Des discussions et des perspectives d'amélioration des méthodes et des moyens mis en place dans ce projet seront apportées tout au long de ce chapitre. Celles-ci permettront d'affiner la détermination et par conséquent le contrôle des paramètres d'impact des projectiles et des cibles. La précision sur le lien entre ces conditions, les phénomènes survenant aux interfaces et sur le niveau d'adhérence en sera accrue.

## 1. PROPRIETES DES POUDRES, DES ECAILLES ET DES CIBLES

Les propriétés des matériaux, i.e. leur microstructure, leur oxydation en surface et leur morphologie ont été considérées. La couche d'oxyde présente autour des matériaux mis en contact pourrait freiner voire inhiber, les interactions métallurgiques qui se produisent aux interfaces pendant l'impact. Cela aurait une influence directe sur l'adhérence. Sa détermination est donc essentielle. L'analyse de la morphologie des matériaux permettra de justifier l'aspect confiné ou non de l'impact. Enfin, la microstructure, liée aux propriétés mécaniques locales ainsi qu'au comportement des matériaux, influe indirectement sur l'adhérence.

### 1.1. Oxydation des matériaux

Les épaisseurs de couche d'oxyde recouvrant la surface de contact des projectiles et des cibles ont été estimées par microsonde via trois niveaux de tension puis par analyse des résultats à l'aide du logiciel « PeakSight® » (cf. Chapitre 2, § 3.1.3). Les mesures ont été réalisées sur une vingtaine de points par échantillon. L'aluminium, le 2017 et le cuivre, bruts et polis, ainsi que des particules de poudre de cuivre Ecka (12,5µm en moyenne) et de cuivre Metco (60µm en moyenne) ont été soumis à la mesure (Tableaux III-1 et III-2).

	Al brut	Al poli	Dural brut	Dural poli
Ep min (nm)	17	6,6	26,3	7,4
Ep max (nm)	27	8,3	31,3	9
Ep moy (nm)	20,64	7,4	28,7	8,45

Tableau III-1 : Epaisseurs des couches d'oxydes mesurées par microsonde en surface de l'aluminium

	Cu brut	Cu écaillage	Cu poudre 60µm	Cu poudre 12,5µm
Ep min (nm)	16,6	10,1	58,3	13
Ep max (nm)	40,8	18,4	182,1	25,5
Ep moy (nm)	23,8	12,7	105,2	19,3

Tableau III-2 : Epaisseurs des couches d'oxydes mesurées par microsonde en surface du cuivre

Le polissage des cibles a permis une diminution de l'ordre de 65% de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Cela doit favoriser les liaisons métallurgiques lors de l'impact. Les projectiles présentent une oxydation globalement plus élevée que celle des cibles. Les particules de 60µm montrent une couche d'oxyde quatre à cinq fois plus épaisse que les particules de 12,5µm et que les plaques de cuivre utilisées pour l'écaillage laser. Du fait de la courbure, les épaisseurs mesurées sur les particules peuvent toutefois être sous-estimées.

### 1.2. Microstructure

Les particules de poudre de cuivre utilisées pour les projections cold spray ont été observées en coupe. Une attaque chimique de type « Kroll » (cf. Chapitre 2, § 3.1.1) a été nécessaire pour révéler leur microstructure. Les particules les plus larges présentent les grains les plus gros (Figure III-1.a et b). En effet, lors de la phase d'élaboration de la poudre par atomisation, les particules les plus fines sont refroidies plus rapidement ; les fronts de solidification de la matière apparaissent donc plus rapprochés. Par conséquent, les propriétés mécaniques locales diffèrent en fonction de la dimension des particules.

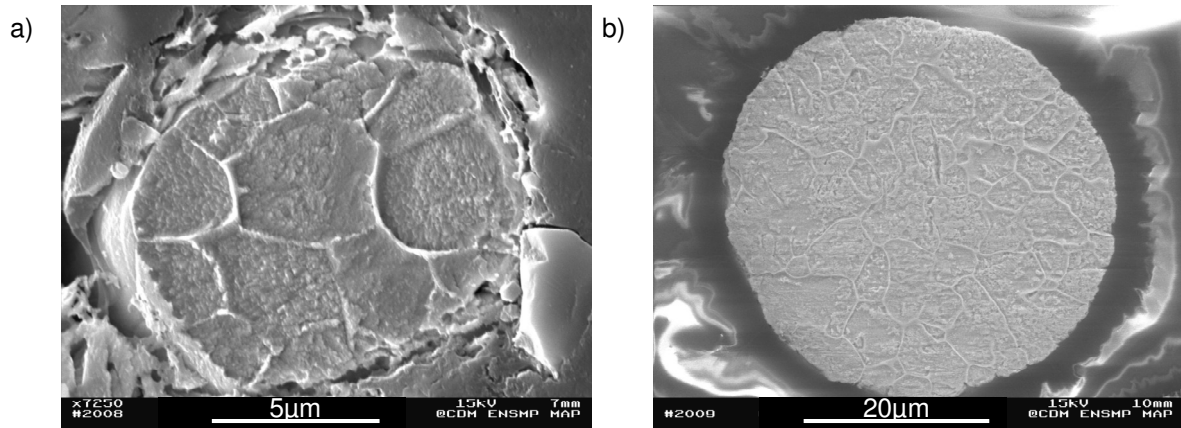


Figure III-1 : Vue en coupe par MEB\* de particules de cuivre attaquées de a) 10µm (Ecka) et b) 40µm (Metco)

### 1.3. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques locales des particules fines et grossières ont été déterminées. Celles-ci doivent différer puisque les vitesses de solidification se sont révélées être différentes. La dureté et le module d'Young des particules ont été mesurés par nanoindentation (cf. Chapitre 2, § 3.1.4). Différentes particules ont été caractérisées et cinq empreintes ont été réalisées sur chacune d'entre elles (Figure III-2). Des mesures ont également été réalisées sur du cuivre et de l'aluminium massif par souci de comparaison d'une part et pour déterminer leurs propriétés superficielles locales d'autre part.

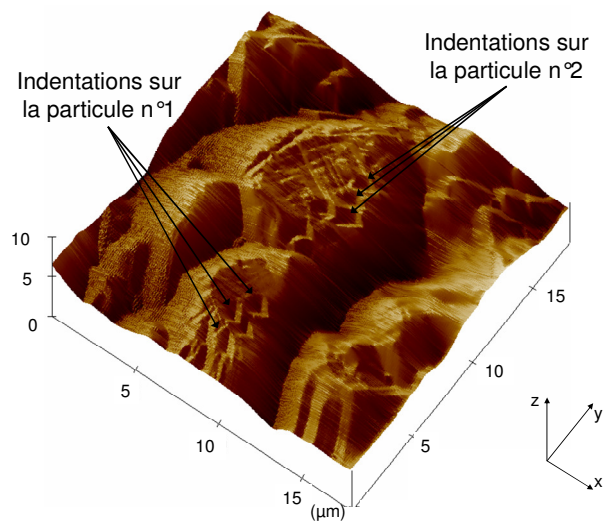


Figure III-2 : Cartographies 3D des particules de poudre indentées

	Cu poudre 60µm	Cu poudre 12,5µm	Cu écaillage	Al poli
Dureté H (GPa)	1,25	2,25	0,98	0,76
E (GPa)	80	62,5	45,2	52,6
Taille de grain (µm)	5	2	6	10

Tableau III-3 : Dureté et module d'Young de différents matériaux mesurés au nanoindenteur

La dureté des grains constituant une particule s'est révélée homogène. La dureté moyenne des particules et du cuivre massif diminue lorsque la taille des grains qui les composent augmente (Tableau III-3). Même localement, l'aluminium poli donc légèrement écroui, est resté plus mou que le cuivre.

## 1.4. Morphologie

### 1.4.1. Rugosité des substrats et de la plaque de cuivre

Les duretés du cuivre et de l'aluminium étant voisines, les projectiles pénétreront et évolueront très certainement dans les cibles, conférant ainsi un aspect confiné à l'impact. Pour que l'impact d'une particule puisse s'apparenter à un impact sphère / plan, il a fallu vérifier que la rugosité des cibles était localement bien inférieure au rayon de courbure de la particule. La rugosité de la surface des cibles d'aluminium a été mesurée à l'aide du logiciel « Affimage® » (cf. Chapitre 2, § 3.1.6.1) à partir d'une dizaine d'images en coupe (Tableau III-4). Le rapport  $\phi_{particule} / R_z$  s'est révélé être supérieur à 25. Le caractère sphère / plan de l'impact a ainsi été jugé convenable.

Pour que l'impact de l'écaille puisse s'apparenter à un impact plan sur plan non confiné, il a aussi fallu vérifier que les rugosités de l'écaille et du substrat étaient localement bien inférieures au rayon de courbure de la particule. (Tableau III-4). Le rapport  $\phi_{particule} / R_z$  a également dépassé 25. Le caractère plan sur plan non confiné de l'impact a ainsi été jugé convenable.

Echantillon	Ra (μm)	Rt (μm)	Rz (μm)
Al poli	0,10	0,71	0,47
Cu support	0,27	1,57	0,98

Tableau 4 : Rugosités calculées des échantillons plans polis

Toutefois, la plaque de cuivre à partir de laquelle l'écaille est générée est fine et le tir laser puissant et focalisé. La plaque de cuivre est donc largement déformée lors du processus: le phénomène de cloquage a été détecté par observation des échantillons éprouvés (Figure III-4). Afin de s'assurer du caractère plan sur plan de l'impact, une analyse de la morphologie de l'écaille en vol est nécessaire.

### 1.4.2. Morphologie de l'écaille avant impact

La détermination de la morphologie de l'écaille avant impact passe par la compréhension du procédé d'écailage (Figure III-3). Des analyses de la plaque support, de l'écaille pendant l'envol puis adhérent à la cible ont donc été menées afin d'estimer l'évolution de cette dernière au cours de temps.

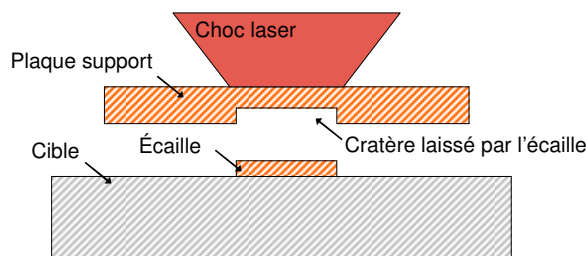


Figure III-3 : Principe de l'essai de plaquage d'écailage par choc laser

#### 1.4.2.1. Analyse de la plaque support

La plaque support, soumise au laser de puissance puis écaillée, présente l'empreinte de l'écaille. Le cratère laissé par cette dernière donne, en effet, accès à des informations

essentielles pour la détermination de sa morphologie. Ainsi, le diamètre d'écaillage, le type de rupture, la rugosité du fond du cratère ainsi que la morphologie du cratère ont été analysés.

#### a. Diamètre d'écaillage

Le cratère laissé par l'écaillage a été visualisé par Microscopie Electronique à Balayage. Son diamètre dépend de la densité de puissance mise en jeu pour réaliser l'écaillage. Plus cette densité de puissance est importante, plus la vitesse d'envol est élevée et plus l'écaille est large. Pour un rayon de tache focale donné, la traction générée est plus intense et la limite de rupture est ainsi atteinte sur un disque plus large. Pour une vitesse d'envol de  $400\text{m.s}^{-1}$ , le diamètre mesuré a été de  $1620\mu\text{m}$  (Figure III-4).

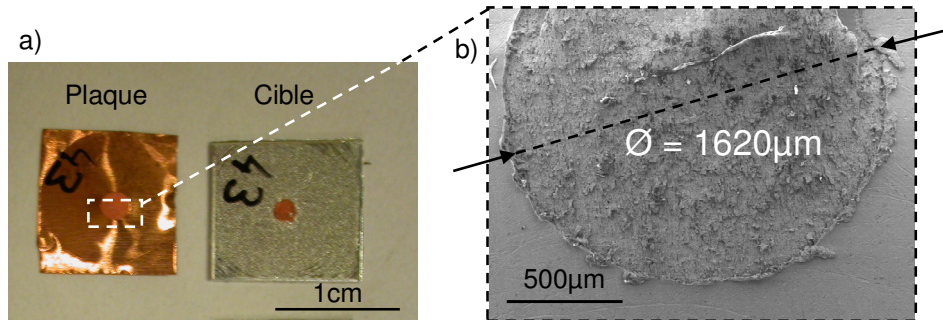


Figure 4 : Images a) optique de la plaque support écaillée et de la cible, et b) MEB\* du cratère

#### b. Type de rupture

L'analyse à plus fine échelle du fond du cratère a permis de mettre en évidence le caractère ductile de la rupture survenant dans la plaque support lors de l'écaillage. Des faciès fortement rugueux composés de microcavités ont été observés sur la quasi-totalité de la zone endommagée. Une zone plus lisse d'une centaine de microns de diamètre a toutefois pu être observée très localement (Figure III-5).

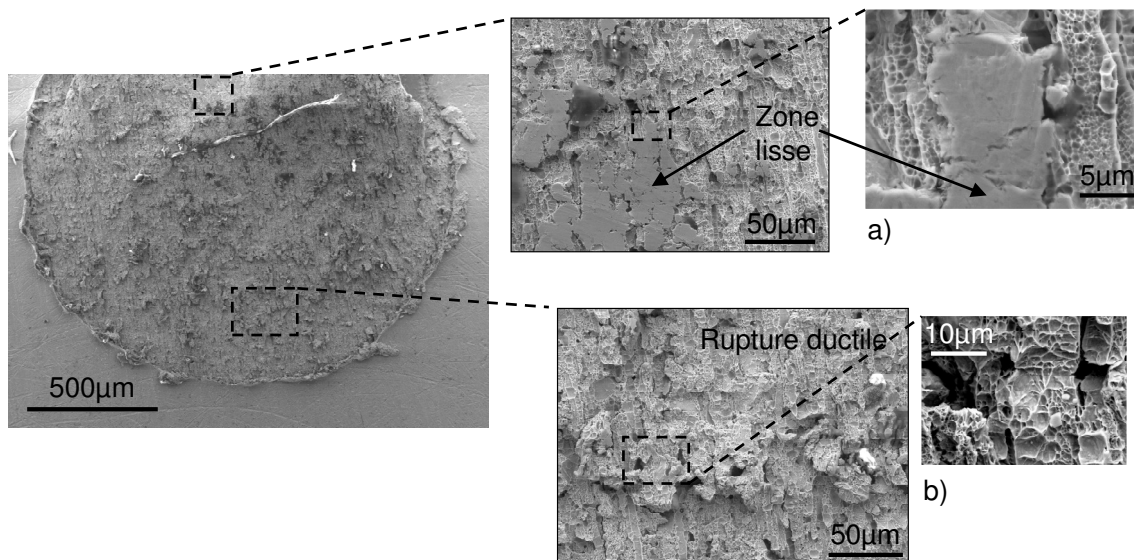


Figure III-5 : Visualisation MEB\* au fond du cratère du faciès de rupture a) lisse et b) ductile

Ce phénomène local a pu se produire par matage ou clivage. Afin d'en déterminer la cause, une reconstruction 3D de la zone par stéréoscopie a été réalisée (cf. Chapitre 2, § 3.1.6.2). Si la surface s'est révélée moins rugueuse dans cette zone, des plans stratifiés n'ont pas pu être



observés, excluant ainsi l'hypothèse du clivage (Figure III-6). Ce matage local a pu être le résultat d'un replaquage ponctuel de l'écaille avant désolidarisation complète. Ce phénomène, marginal car non détecté sur la majorité des échantillons analysés, ne sera pas considéré dans cette étude.

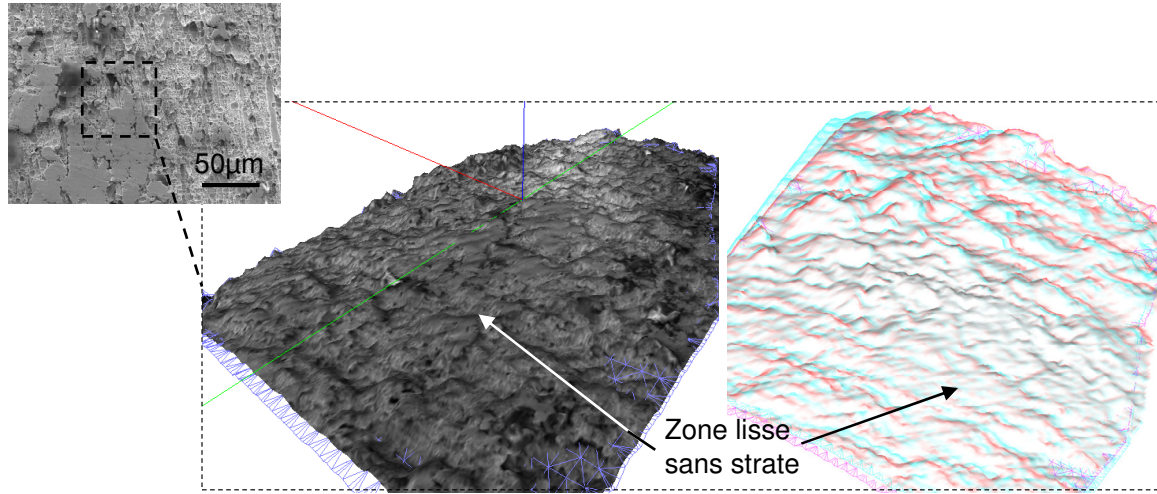


Figure III-6 : Reconstruction 3D de la zone plane du fond du cratère

### c. Rugosité du cratère et morphologie de l'écaille

La technique de reconstruction 3D par stéréoscopie a permis d'accéder à la rugosité du cratère sur une zone de  $2\text{mm}^2$ . Trois profils topographiques, sur des lignes de  $1600\mu\text{m}$  de longueur, représentant la profondeur en fonction de la position ont été réalisés : les deux premiers selon deux cordes et le dernier à l'extérieur du cratère pour estimer la courbure et la rugosité de la plaque, (Figure III-7).

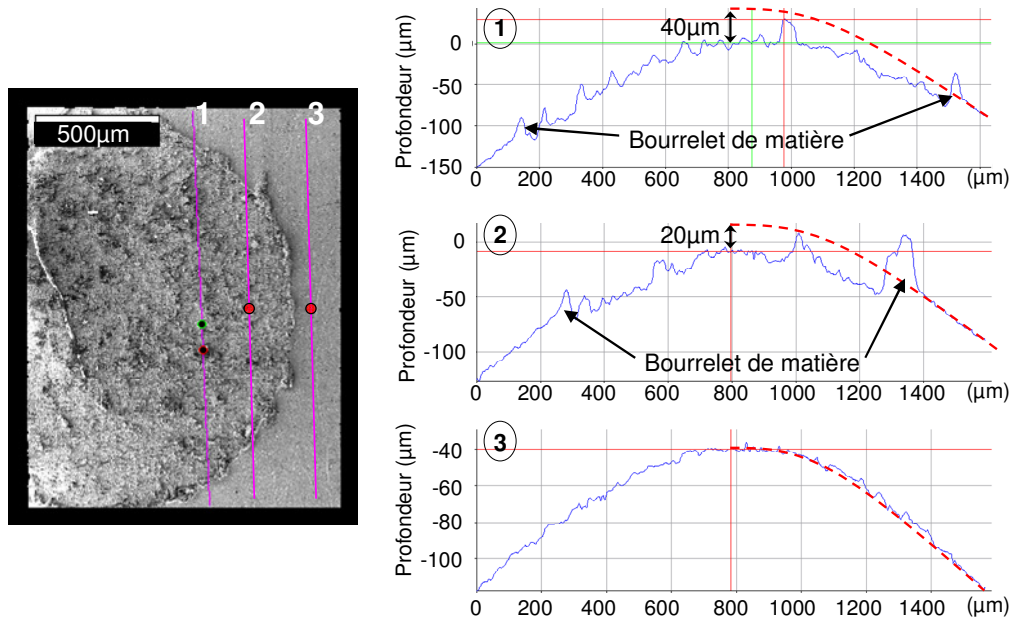


Figure III-7 : Profils topographiques de cordes du cratère (1,2) et de la plaque support (3)

Les profils n°1 et 2 présentent trois zones : le profil de la plaque non endommagée aux extrémités, un pic indiquant la présence d'un bourrelet de matière puis le profil de la rugosité du cratère au centre. Ces profils révèlent une forte rugosité de ce dernier avec un  $R_r \approx 20\mu\text{m}$  et

permettent d'estimer l'épaisseur de l'écaille entre 20 et 40  $\mu\text{m}$ . Ce résultat est en accord avec ceux de l'analyse de l'interface des écailles adhérant à la cible (cf. Chapitre 5, § 4).

Le profil n°3 présente le profil de rugosité initiale de la plaque dont le  $R_t \approx 3 \mu\text{m}$ . D'autre part, ce profil indique que la plaque a été fortement déformée par la sollicitation mécanique induite par l'irradiation laser. Toutefois, l'écaille étant amorcée et décollée avant que la plaque ne se soit complètement déformée, ce profil n'est pas exactement celui de l'écaille au décollage.

Une visualisation plus générale de la déformation de la plaque support a permis d'apporter un complément pour la compréhension de ces profils (Figure III-8)

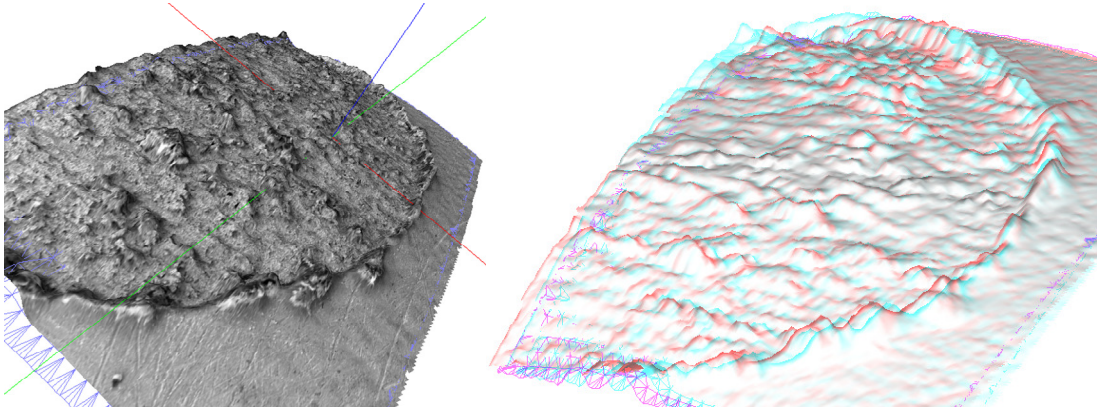


Figure III-8 : Reconstruction 3D par stéréoscopie de la morphologie du cratère

Durant le procédé de plaquage d'écaille, la plaque support est irradiée par le laser de puissance, induisant la propagation d'une onde de choc suivi d'une onde de détente (Figure III-9,  $t_0$ ). L'interaction de la queue de détente du choc avec la réflexion de l'onde de choc sur la face arrière de la plaque génère alors de la traction dans le matériau massif. Lors de l'écaillage, la fissure se propage radialement à partir du centre de la zone endommagée, avant que la plaque ne se déforme complètement ( $t_1$ ). La vitesse matérielle de la partie décollée est supérieure à celle de la partie encore adhérente ( $t_2$ ). La présence du bourrelet en périphérie du cratère indique que, l'énergie n'étant plus suffisante pour endommager le matériau, l'écaille est retenue par la plaque qui se déforme plastiquement ( $t_3$ ). A cet instant, la morphologie de l'écaille ressemble plus à celle d'une calotte sphérique qu'à celle d'une plaque plane. De plus, lors de la rupture en périphérie, la restitution de l'énergie emmagasinée accélère certainement le contour de l'écaille, faisant ainsi évoluer sa concavité au cours de l'envol ( $t_4$ ). Afin de corroborer ces résultats, une analyse de l'écaille au cours de l'envol peut être menée.

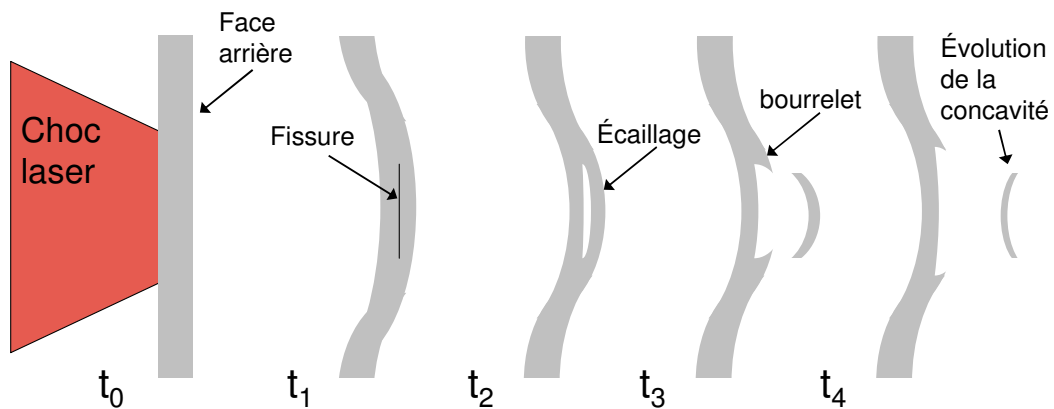


Figure III-9 : Schéma des phénomènes survenant lors de l'écaillage par choc laser



### 1.4.2.2. Analyse de l'écaille en vol

L'utilisation de l'ombroscopie a permis l'analyse de l'écaille en vol [LESC09]. Une fibre optique reliée au laser « Verdi » (cf. Chapitre 2, § 2.2.3) permet d'éclairer la face arrière de la plaque et la trajectoire de l'écaille avec un faisceau rendu parallèle (Figure 10). Deux caméras CCD, de 10ns de temps d'exposition, sont déclenchées à deux instants afin de réaliser deux clichés de l'écaille en deux positions différentes. Le premier est acquis lors du débouché du choc sur la face arrière de la plaque de cuivre, juste avant la génération de l'écaille. La seconde acquisition est réalisée 0,75, 1,5 ou 2,25µs plus tard.

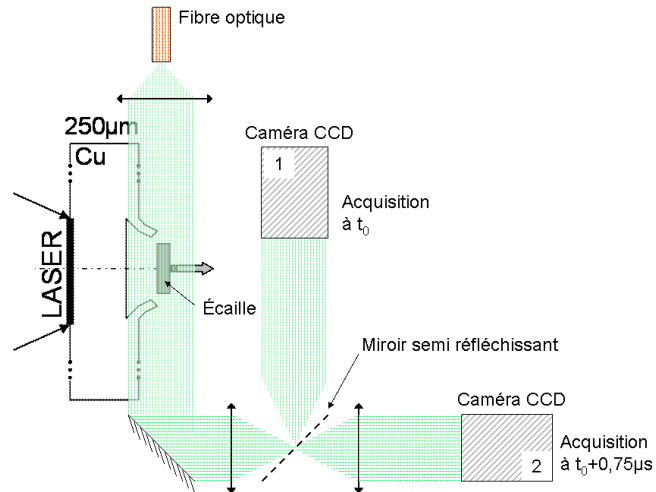


Figure 10 : Schéma du dispositif expérimental de visualisation transverse par ombroscopie

Des tirs isoparamétriques ont été réalisés pour générer trois envols identiques d'écailles. Puisque le laser utilisé a montré une grande stabilité spatiale et temporelle, les trois écaillages ont été considérés comme étant similaires. Lors de chaque tir, un cliché transverse d'ombroscopie est acquis, permettant ainsi de visualiser l'évolution de la face arrière de la plaque support et l'écaille au cours du temps. Ces acquisitions sont déclenchées à 0,75µs, 1,5µs et 2,25µs après le débouché de l'onde de choc principale sur la face arrière de la plaque, montrant trois positions de l'écaille à intervalles de temps réguliers (Figure III-11).

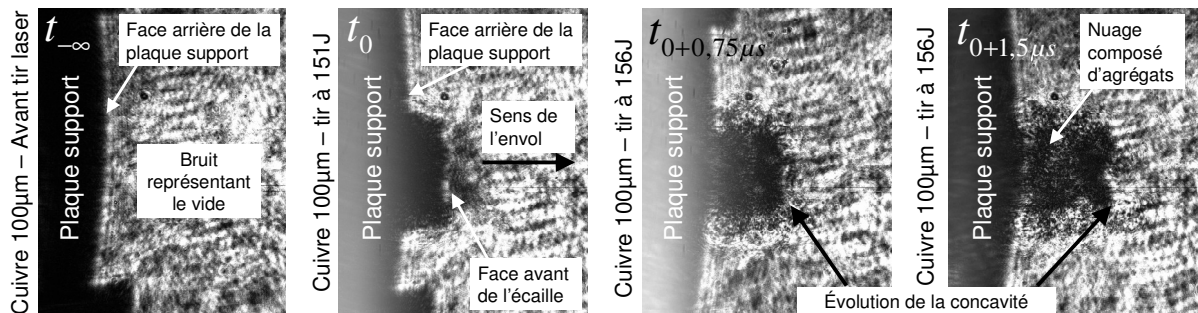


Figure III-11 : clichés des écailles en vol réalisés par ombroscopie à  $t_{\infty}$ ,  $t_0$ ,  $t_0 + 0,75\mu s$  et  $t_0 + 1,5\mu s$

Ces clichés ont permis d'obtenir des informations sur la face avant de l'écaille ainsi que sur sa vitesse moyenne d'envol, abordée au paragraphe 2 de ce chapitre. La planéité de l'écaille ne se révèle pas être parfaite. La face avant présente, en effet, une concavité qui évolue au cours du temps, avec une périphérie initialement plus rapide, puis plus lente et enfin plus rapide que le centre de l'écaille (Figure III-11). La face arrière de l'écaille n'est pas

nettement délimitée sur ces clichés. Un nuage sombre est visible dans le sillage de l'écaille. Ce dernier peut être constitué de particules provenant de la périphérie de l'écaille qui se désagrègent en vol. Dans ce cas, l'impact de l'écaille est accompagné des impacts successifs de ces particules. Une analyse de la face arrière de l'écaille enchâssée dans la cible peut être réalisée afin de vérifier cette hypothèse.

#### 1.4.2.3. Analyse de l'écaille adhérent à la cible

La face arrière de l'écaille a été analysée afin de vérifier l'hypothèse selon laquelle des particules provenant de la périphérie désagrégée de l'écaille pendant l'envol percutent et s'empilent sur la face arrière de cette dernière. Pour cela, le diamètre de la zone endommagée de la plaque support a été comparé à celui de l'écaille adhérente à la cible (Figure III-12.a et b). La diminution de 23% du diamètre entre les instants d'écailage et d'impact indique que l'écaille se désagrège effectivement en vol. Toutefois, nombre de ces fragments s'accrochent visiblement sur le substrat plutôt que sur la face arrière de l'écaille.

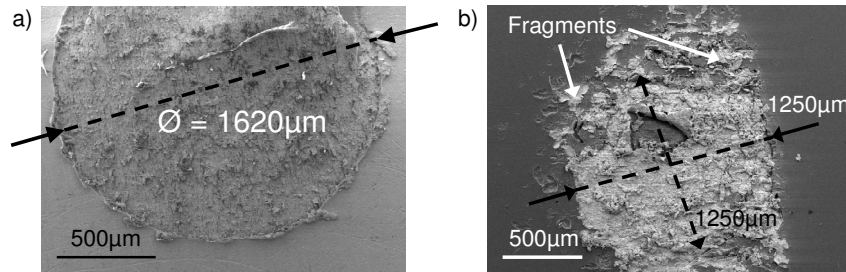


Figure III-12 : Visualisation MEB\* vue de dessus a) du cratère de la plaque support et b) de l'écaille enchâssée

Afin de vérifier si des fragments ont effectivement percuté le dos de l'écaille, une analyse de la rugosité de cette surface par stéréoscopie a été menée. Si la face arrière ne subit aucun impact, la rugosité de celle-ci doit être comparable à celle du fond du cratère, mesurée au § 2.4.2.1. Une zone proche de la périphérie a été reconstruite en 3D puis des profils topographiques ont été tracés (Figure III-13). La rugosité est supérieure à celle du fond du cratère, avec  $R_t \approx 70\mu\text{m}$ . Des fragments se superposent donc à l'écaille.

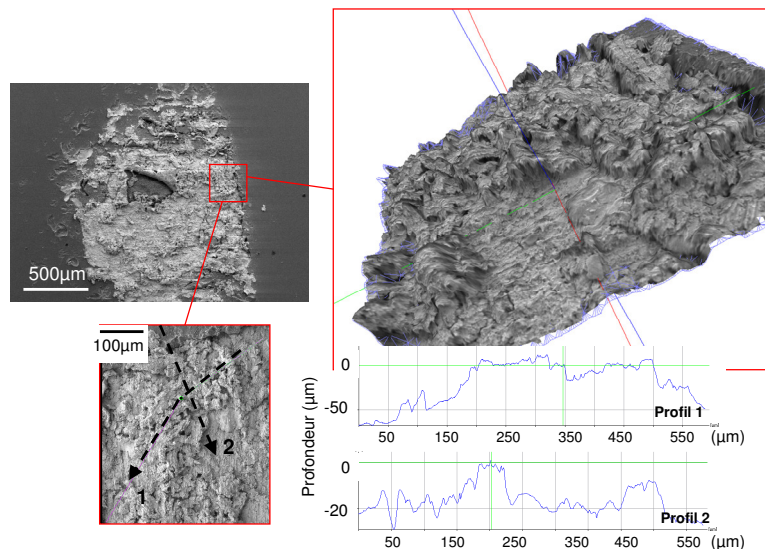


Figure III-13 : Visualisation MEB\* vue de dessus de l'écaille adhérent à la cible (à gauche) et reconstruction 3D de la surface avec insertion de profils topographiques (à droite)

## 1.5. Conclusion et perspectives

Les propriétés morphologiques et métallurgiques des matériaux sollicités pour cette étude ont été déterminées. L'épaisseur de la couche d'oxyde présente sur les surfaces de contact a été estimée, les propriétés mécaniques locales en surface des matériaux ont été mesurées puis la morphologie étudiée.

Le polissage des cibles a permis une forte diminution de l'épaisseur de la couche d'oxyde et de la rugosité ; cette dernière diminution a favorisé les aspects 1D et 2D des impacts générés.

La mesure de grandeurs physiques locales telles que la nanodureté ou le module d'Young a mis en avant l'enfoncement inévitable du cuivre dans l'aluminium, même dans le cas de l'impact d'écaille supposé à caractère plan / plan, i.e. sans confinement durant l'impact. Toutefois, l'affaissement du substrat vu par la majorité de l'écaille, excepté la périphérie, ne contribuera pas à la perte du caractère 1D. Une vigilance supplémentaire sera donc de mise lors de l'analyse des interfaces des écailles. D'autre part, les grandeurs mesurées nourriront les simulations numériques d'impact développées au chapitre 4.

La morphologie et la rugosité des matériaux ont été estimées pour valider les caractères confinés ou non des impacts. La morphologie des écailles varie entre l'envol et l'impact. Toutefois, les variations de concavité observées sont suffisamment locales pour considérer l'impact normal et affectent des zones suffisamment larges pour permettre de considérer l'impact à caractère plan / plan. D'autre part, la désagrégation de la périphérie de l'écaille qui peut localement engendrer des impacts successifs imposera une vigilance particulière lors de l'analyse des interfaces. La technique de visualisation transverse par ombroscopie pourrait être améliorée afin d'observer plus précisément la morphologie avant impact. Cela permettrait de nourrir les simulations numériques de génération et d'impact d'écailles.

## 2. VITESSE D'IMPACT DES PROJECTILES

La vitesse d'impact des projectiles sur les cibles maintenues fixes représente l'un des paramètres clés de l'étude de l'adhérence. Pour chacun des procédés, deux méthodes expérimentales ou numériques seront proposées afin d'en évaluer le niveau. Les vitesses ainsi obtenues pourront ainsi être comparées pour vérifier la convergence des résultats. En fonction des paramètres du procédé cold spray ou d'écaillage choisis pour générer les impacts, les différences de vitesse seront mises en évidence. Cela permettra de déterminer des conditions pour lesquelles les vitesses engendrées seront les plus élevées et suffisamment variées pour être susceptibles d'influer sur l'adhérence.

Dans le cas du cold spray, la conception d'un système permettant la sélection des particules en fonction de leur vitesse d'impact est indispensable. L'influence rétroactive de ce système sur les vitesses d'impact sera également déterminée.

### 2.1. Impact des écailles

#### 2.1.1. Détermination par interférométrie laser

Le procédé d'écaillage génère des projectiles fins mais larges, i.e. dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques dizaines de microns et de diamètre millimétrique. Cela indique que la vitesse reste relativement homogène dans l'épaisseur. Sans cible positionnée en vis-à-vis, la méthode de mesure de la vitesse de face arrière de la plaque support par interférométrie laser

VISAR\* (cf. Chapitre 2, § 2.2.3) a donc été applicable et a ainsi permis de déterminer la vitesse moyenne d'envol de l'écaille.

Différents tirs ont été réalisés, sollicitant plus ou moins intensément des plaques de cuivre de différentes épaisseurs afin d'accélérer des écailles à différentes vitesses. Le dispositif VISAR\* a permis dans chaque cas d'estimer la vitesse d'envol des écailles générées en mesurant la vitesse de face arrière de la plaque support puis celle de la face avant de l'écaille (Figure III-14). Les expériences menées et les vitesses mesurées correspondantes ont été reportées dans le tableau III-5.

Nom échantillon	Epaisseur de la plaque support ( $\mu\text{m}$ )	Flux laser ( $\text{GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ )	vitesse mesurée ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
Cu-1	250	1150	225
Cu-2	250	1250	300
Cu-3	100	890	450
Cu-4	125	935	450
Cu-5	125	1150	600

Tableau III-5 : Paramètres de tirs et vitesses d'écailles correspondantes mesurées par le système VISAR\*

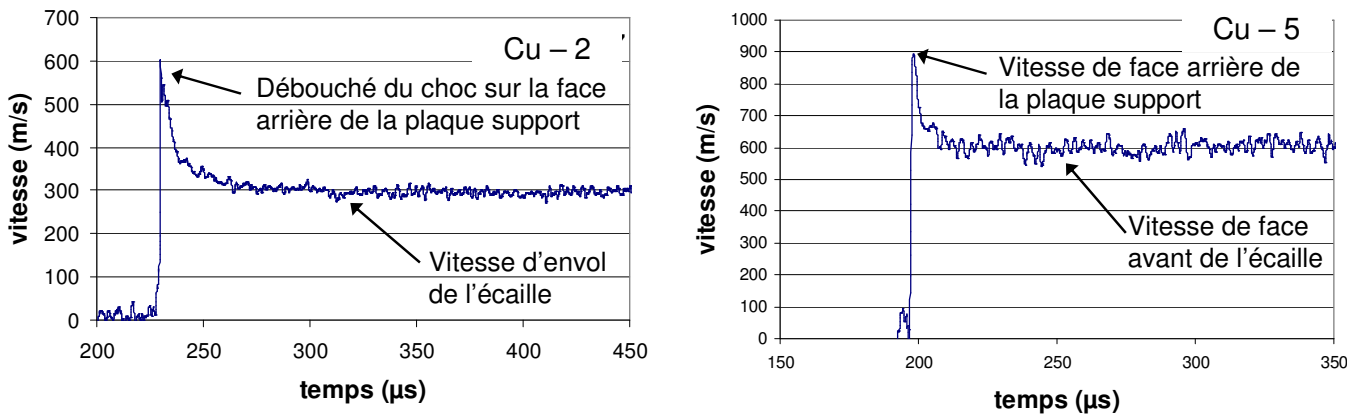


Figure III-14 : Signaux VISAR\* de vitesse de face avant des écailles obtenues pour deux conditions de tir

A épaisseur constante, l'augmentation du flux laser induit une augmentation de la vitesse d'envol de l'écaille. En outre, plus la plaque support est fine, plus l'accroissement du flux doit être élevé pour aboutir à une augmentation de vitesse comparable. Par exemple, une variation de 25% de la vitesse requiert une variation de 19% de l'énergie pour une plaque de  $125\mu\text{m}$  contre 8% pour une plaque de  $250\mu\text{m}$ .

A flux constant, la diminution de l'épaisseur de la plaque entraîne une augmentation de la vitesse d'envol de l'écaille. Plus le substrat est mince, plus l'atténuation du choc lors de sa propagation dans le matériau décroît. Par exemple, une diminution de 50% de l'épaisseur induit un gain de vitesse d'environ 170%. Toutefois, en dessous d'une épaisseur critique, une désagrégation de la plaque apparaît, provoquant la perte du caractère plan / plan de l'impact.

Afin d'obtenir une vitesse d'envol donnée, il convient donc d'optimiser les paramètres que sont l'épaisseur de la plaque et le flux laser. Par exemple, une écaille s'envolant à  $450\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  peut être obtenue en sollicitant sur une même surface soit une plaque de  $100\mu\text{m}$  d'épaisseur à  $890\text{GW}/\text{cm}^2$  soit une plaque de  $125\mu\text{m}$  d'épaisseur à  $935\text{GW}/\text{cm}^2$ .

Ainsi, dans cette gamme de flux, les écailles formées par ce procédé ont pu être accélérées jusqu'à des vitesses comprises entre  $225$  et  $600\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Le diamètre du faisceau focalisé utilisé pour les mesures par interférométrie laser est de l'ordre de quelques centaines de microns (inférieur à  $500\mu\text{m}$ ). La vitesse mesurée reste donc

une vitesse locale, au centre de l'écaille. Il serait intéressant de comparer la vitesse du centre de l'écaille avec celle de sa périphérie. Ce serait possible par l'utilisation du système VISAR\* multipoints qui permettrait d'acquérir 3 mesures réparties sur la surface de l'écaille.

### 2.1.2. Détermination par ombroscopie

Outre l'accès à la morphologie de l'écaille pendant l'envol, la visualisation transverse par ombroscopie a donné accès à l'évolution de sa vitesse entre l'envol et l'impact [LESC09]. Pour cela, trois expériences isoparamétriques d'écaillage par choc laser ont été réalisées. Le laser a sollicité chaque plaque de cuivre de  $125\mu\text{m}$  d'épaisseur à  $1150\text{GW.cm}^{-2}$  sur un spot de  $2,4\text{mm}$  de diamètre. Chaque tir s'est accompagné de l'acquisition d'un cliché montrant l'écaille dans une position donnée (cf. § 1.4.2.2). Un trigger déclenché au moment du choc a permis, tir après tir, d'espacer uniformément l'instant d'acquisition de  $0,75\mu\text{s}$  (Figure III-15). L'analyse des trois positions successives, i.e. la mesure de la distance parcourue en  $0,75\mu\text{s}$ , a permis de remonter à la vitesse d'envol de l'écaille. Entre chaque cliché, i.e. toutes les  $0,75\mu\text{s}$ , l'écaille a parcouru environ  $450\mu\text{m}$ , informant que la vitesse d'envol de l'écaille est d'environ  $600\text{m.s}^{-1}$ .

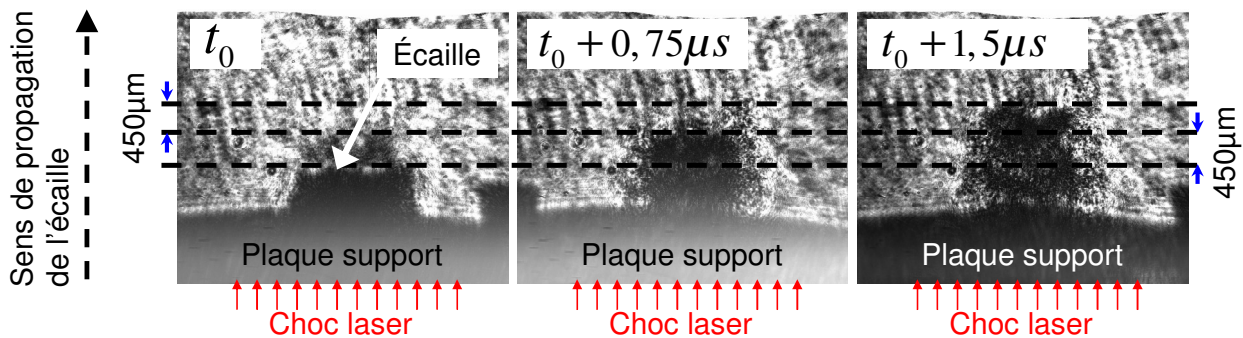


Figure III-15 : Clichés par ombroscopie montrant l'évolution de la trajectoire des écailles pour des tirs isoparamétriques

Chaque cliché a été acquis lors d'un tir laser. Puisque l'ensemble des tirs réalisés sont isoparamétriques et que le laser présente une grande stabilité spatiale et temporelle, les vitesses d'envol sont supposées similaires d'un tir à l'autre. L'égalité de la vitesse mesurée d'un cliché à l'autre montre le bien fondé de cette hypothèse.

Les paramètres de tir sélectionnés pour mener cette mesure de vitesse par visualisation transverse sont identiques à ceux correspondant au spécimen nommé Cu125-18 au paragraphe 2.1.1. La vitesse d'envol de ce dernier avait été mesurée par le système VISAR\* et estimée à  $600\text{m.s}^{-1}$ . Les résultats obtenus par ces deux méthodes d'acquisition convergent donc.

La technique de visualisation transverse par ombroscopie, qui s'est révélée être indispensable à l'analyse de l'évolution de la morphologie de l'écaille avant impact, a donc permis de remonter géométriquement à un ordre de grandeur cohérent de la vitesse moyenne d'envol de l'écaille. Toutefois, pour chaque tir, les clichés mettent en évidence la non homogénéité de la vitesse de l'écaille en fonction du rayon, ayant pour conséquence l'évolution de la concavité de sa face avant (cf. § 1.4.2.2). Des modifications du dispositif expérimental permettraient alors d'affiner la mesure. Pour cela, un objectif à plus fort grossissement pourrait être préféré et plusieurs systèmes d'acquisition reliés entre eux par un trigger pourraient être installés. Plusieurs clichés seraient alors pris lors d'un même tir et la mesure serait affinée.



## 2.2. Impact des particules

### 2.2.1. Mise en évidence du différentiel de vitesse

Le procédé cold spray permet de générer des impacts de sphères de différents diamètres sur des plans. L'accélération des poudres projetées étant aérodynamique, les vitesses atteintes par les particules dépendent de leur diamètre. De plus, le pistolet cold spray étant circulaire et le gaz propulseur étant préalablement plus ou moins chauffé et comprimé, la vitesse des particules dépend aussi des conditions de projection et de la position de la particule par rapport au centre du jet. Afin de mettre en évidence ce phénomène, des cartographies de profondeur de pénétration des particules ont été réalisées en fonction de leur distance par rapport au centre du jet et en fonction des conditions de projection (Figure III-16). En effet, la profondeur de pénétration croît avec la vitesse d'impact. Deux diamètres de particule ont été sélectionnés : 10 et 60µm environ.

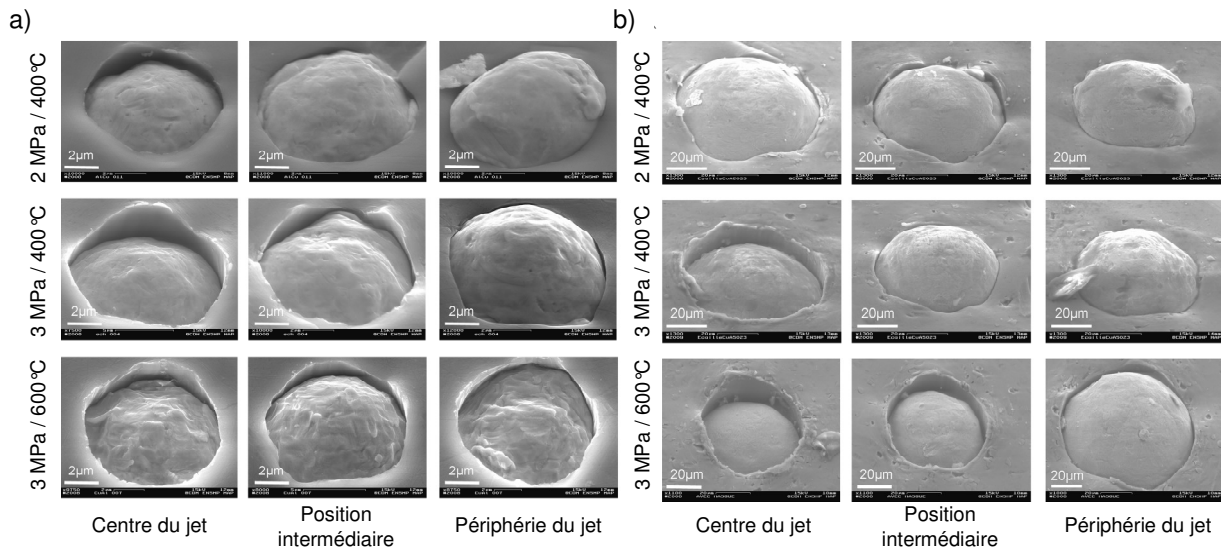


Figure III-16 : Cartographie au MEB\* de la profondeur de pénétration des particules en fonction des conditions de projection pour des particules de a) 10µm et b) 60µm

Pour tout diamètre de particule, plus les conditions de projection sont intenses et les particules proches du centre du jet, plus les particules pénètrent profondément dans le substrat. De plus, les deux diamètres de particule présentent des profondeurs de pénétration globalement similaires pour une même position dans le jet et pour des mêmes conditions de projection.

Les profondeurs de pénétrations sont plus homogènes pour les conditions de projection les plus intenses. Cela laisse à penser que les phénomènes se produisant aux interfaces sont similaires pour l'ensemble des particules du jet. Au fur et à mesure que l'intensité des conditions diminue, l'homogénéité faiblit. Les phénomènes détectables aux interfaces doivent alors présenter une évolution.

Si des différences de profondeur sont détectables, cela signifie que les vitesses d'impact ont été différentes. La variation entre les profondeurs minimale et maximale laisse présager que la gamme de vitesse atteinte a été relativement large. L'objectif des paragraphes suivants est sa quantification, uniquement réalisable si les particules peuvent être différenciées en fonction de leur vitesse d'impact.

## 2.2.2. Sélection des particules

### 2.2.2.1. Obtention des particules élémentaires

La méthode classique d'obtention de particules élémentaires par passage rapide du pistolet au dessus du substrat a été utilisée. Les particules situées sur les extrémités du trait s'écrasent sur le substrat avec des vitesses voisines. Ces particules proviennent uniquement de la périphérie du jet. Les particules situées au centre du trait proviennent, quant à elles, du centre et de la périphérie du jet. Excepté par leur enfoncement plus ou moins prononcé, ces particules centrales ne peuvent pas être différenciées et classées en fonction de leur vitesse d'impact (Figure III-17). L'utilisation d'un dispositif adapté est donc nécessaire.

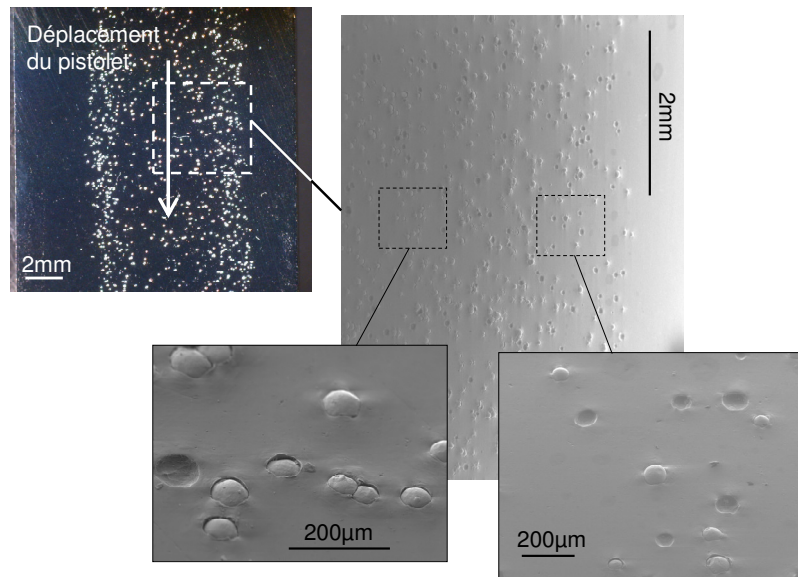


Figure III-17 : Images optique (à gauche) et au MEB\* (à droite) d'un substrat ayant subi le passage linéaire du pistolet

### 2.2.2.2. Utilisation d'un masque

Afin de trier les particules en fonction de leur vitesse d'impact, un dispositif constitué d'un masque a été conçu. Ce dernier a été disposé entre le pistolet et le substrat pour bloquer les particules en vol. Une fente rectangulaire de dimension  $1 \times 15 \text{ mm}^2$  a été usinée pour permettre le passage de certaines particules (Figure III-18), positionnées dans l'axe de cette dernière. Cette fente coïncidait avec le diamètre du jet.

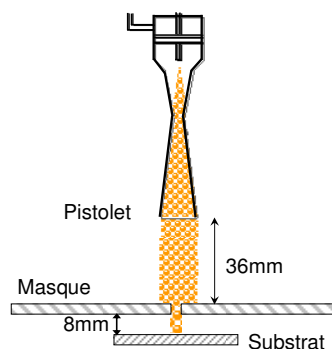


Figure III-18 : Schéma du dispositif de sélection des particules en fonction de leur vitesse d'impact

Deux configurations ont été considérées : le masque mobile se déplaçant entre le pistolet et le substrat, ou le substrat mobile se déplaçant sous le masque préalablement positionné en vis-à-vis du pistolet. Ces deux configurations influent sur la stationnarité du régime de l'écoulement du jet face à un obstacle pourvu d'une fente. Dans cette étude, les deux configurations ont été utilisées indifféremment. Des comparaisons sur les profondeurs de pénétration des particules ont été réalisées. Elles indiquent que les deux techniques engendrent des vitesses similaires (Figure III-19). De plus, les particules obtenues avec et sans masque ont été comparées afin de vérifier la similitude des gammes de vitesse mises en jeu. La présence d'un masque ne modifie pas de manière significative la vitesse d'impact des particules (Figure III-19).

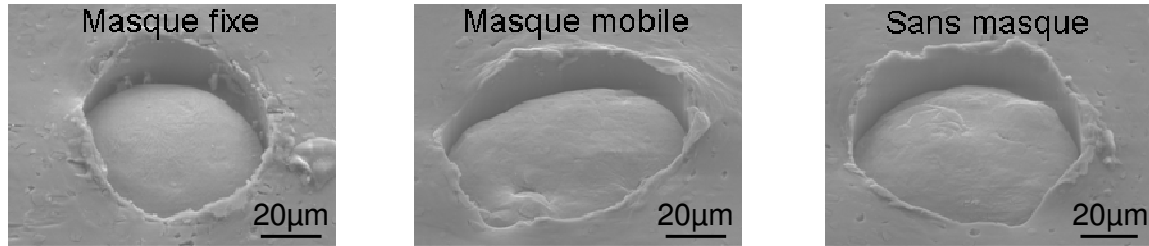


Figure III-19 : Images MEB\* de particules écrasées à la même distance du centre du jet dans les trois configurations a) avec masque fixe b) avec masque mobile et c) sans masque

Dans les deux configurations, le masque de 3mm d'épaisseur a été positionné à 36mm de la sortie du pistolet et à 8mm du substrat (cf. § 2.2.3.2). La vitesse de défilement du masque et du substrat était de  $250\text{mm.s}^{-1}$  pour un débit de poudre de  $0,5\text{tour.min}^{-1}$ .

### 2.2.3. Estimation de la vitesse par système optique

#### 2.2.3.1. Dispositif expérimental

La vitesse ponctuelle des particules en vol a été estimée à l'aide d'une caméra rapide dont le temps d'exposition minimal était de  $1\mu\text{s}$  (cf. Chapitre 2, § 2.1.3). Positionnée perpendiculairement à l'axe du jet de particules, celle-ci a été équipée d'un soufflet de 180mm et d'un objectif de 200mm afin : de détecter les objets fins, de visualiser plus localement les particules et d'affiner les mesures. Ces particules ont ainsi été visualisées sur des fenêtres de  $12\times 12\text{mm}^2$ , un pixel à l'écran représentant  $12\mu\text{m}$ . Les particules dont le diamètre était inférieur à  $10\mu\text{m}$  n'étaient donc pas détectables. Le fort grossissement induit par le soufflet et l'objectif a provoqué une réduction du champ de focalisation à 4mm, ce qui a eu pour effet de limiter les mesures aux particules situées dans ce champ, i.e. sélectionnées selon le diamètre du jet perpendiculaire à l'axe optique. Les mesures parasites provoquées par les particules situées en périphérie du jet, en amont et en aval de la zone de focalisation, ont ainsi été réduites.

Un stroboscope éclairait les particules pendant leur vol. Celui-ci a initialement été positionné en vis-à-vis puis juxtaposé à la caméra pour que la réflexion de la lumière sur les particules puisse être détectée (Figure III-20). Les clichés obtenus ont ensuite été analysés un à un via le logiciel de traitement d'images Image J®. La mesure de la trajectoire des particules reliées au temps d'exposition de la caméra a permis d'accéder à la vitesse des particules en vol. La détermination de la vitesse moyenne des particules pour des conditions de projection données a été effectuée par l'analyse d'une dizaine de clichés, i.e. pour une vingtaine de particules.



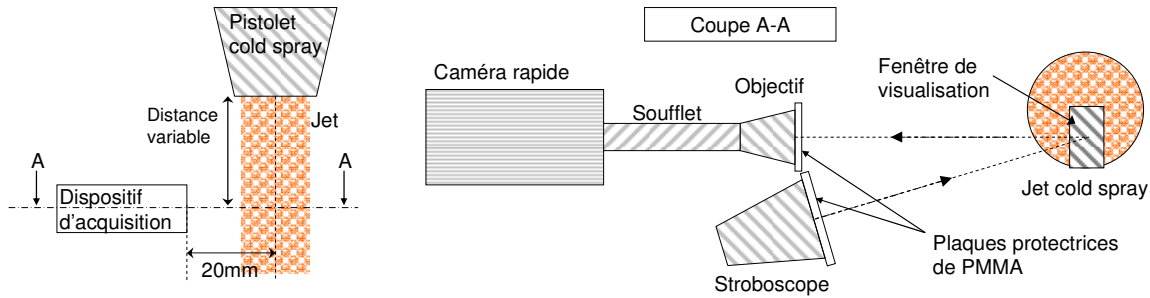


Figure III-20 : Schéma du dispositif de visualisation de la trajectoire des particules pendant leur vol (configuration avec le stroboscope juxtaposé à la caméra)

Le faisceau lumineux réfléchi sur la surface sphérique des particules ne constitue pas un faisceau parallèle. L'objectif de la caméra, situé à 200mm du jet cold spray, a ainsi capté des faisceaux divergents. Ce phénomène a eu pour conséquence la détection de particules dont le diamètre était inférieur à  $10\mu\text{m}$  ; cependant, cela a aussi engendré une incertitude sur la mesure de la vitesse des grosses particules.

La gamme de vitesses des particules cold spray faisait que le temps d'exposition permettait uniquement d'obtenir l'image de la trajectoire des particules sur des distances de 2mm environ. La vitesse ainsi mesurée était donc une moyenne locale et non la vitesse ponctuelle à proprement parler. Néanmoins, en considérant que la vitesse n'évoluait pas drastiquement sur 5% du trajet total, ces mesures ont constitué une première approximation convenable. De plus, la mesure de la vitesse sur une grande distance de parcours a permis de diminuer l'erreur due au traitement d'image.

#### 2.2.3.2. Choix de la distance de projection

Le dispositif décrit au § 2.2.3.1 a été utilisé pour photographier la trajectoire des particules en différents points du jet, i.e. à différentes distances de la sortie du pistolet, à conditions de projection constantes. Le gaz propulseur a été comprimé et chauffé à 3MPa et  $600^\circ\text{C}$  avant projection et des particules de poudre de  $60\mu\text{m}$  de diamètre en moyenne ont été observées. Une zone de 20mm de longueur est visible sur chaque cliché réalisé avec un temps d'ouverture de  $1,67\mu\text{s}$ . L'analyse des trajectoires a permis d'en déduire la vitesse de chaque particule (Figure III-21) et d'estimer une vitesse moyenne sur un segment de 10mm de longueur, entre 15 et 25mm après la sortie du pistolet, puis entre 25 et 35mm, entre 35 et 45mm, et enfin entre 45 et 55mm (Tableau III-6).

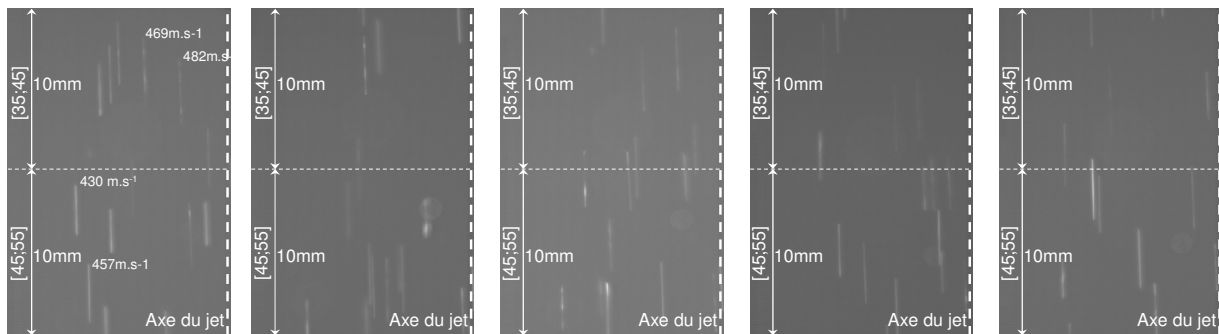


Figure III-21 : Images de la trajectoire des particules sur une distance de 20mm à différents instants

Distance à la sortie du pistolet (mm)	[15;25]	[25;35]	[35;45]	[45;55]
V moyenne (m.s <sup>-1</sup> )	366	420	470	444

Tableau III-6 : Estimation de la vitesse moyenne des particules en fonction de la distance au pistolet

La vitesse des particules en fonction de leur position par rapport à la sortie du pistolet passe par un maximum entre 35 et 45mm. La distance de projection, i.e. celle entre la sortie du pistolet cold spray et le substrat, a été choisie de manière à obtenir les vitesses de particule les plus élevées. Elle a donc été fixée à 40mm pour l'ensemble des essais. Cela a permis d'obtenir l'éventail de vitesses d'impact le plus large possible simplement par modification des conditions de projection (cf. Chapitre 2, § 2.1.2).

Le choix de conditions de projection sévères pour la détermination de la distance de projection a permis d'obtenir la dispersion la plus faible possible de la vitesse en fonction de la position par rapport au centre du jet (cf. § 2.2.1). L'erreur sur le calcul de la vitesse moyenne des particules a ainsi été réduite.

De plus, l'utilisation d'un objectif présentant un grossissement accru devrait permettre de cibler des zones plus locales et l'utilisation d'un stroboscope à fréquence plus élevée d'obtenir plus de clichés à analyser. Cela aurait pour conséquence d'affiner davantage les mesures et d'établir une moyenne de la vitesse des particules en fonction de leur taille et de leur position par rapport au centre du jet.

#### 2.2.3.3. Influence des conditions de projection

La vitesse du gaz propulseur est directement liée à l'intensité des conditions de projection. La vitesse des particules en vol, et a fortiori leur vitesse d'impact, en dépendra donc. D'ailleurs, les profondeurs de pénétration des particules dans le substrat diffèrent lorsque la pression ou la température du gaz propulseur évolue (cf. § 2.2.1, figure III-16). Le dispositif décrit au paragraphe 2.2.3.1 a été utilisé pour déterminer dans quelle mesure la vitesse des particules était modifiée lorsque la pression ou la température du gaz propulseur était augmentée. Des clichés ont été réalisés afin de visualiser la trajectoire des particules autour d'une distance de 40mm de la sortie du pistolet pour différentes conditions de projection (Figure III-20). Le temps d'ouverture de 3µs de l'obturateur a permis de visualiser la trajectoire des particules sur une distance de 2mm environ. La vitesse moyenne de chaque particule a ainsi été mesurée puis la vitesse moyenne des particules pour des conditions de projection données a ensuite été estimée (Tableau III-7).

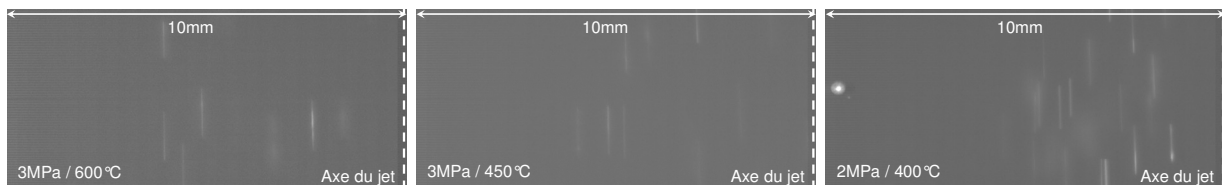


Figure III-22 : Images de la trajectoire des particules sur une distance de 10mm pour différentes conditions de projection

Conditions de projection	3MPa / 600 °C	3MPa / 450 °C	2MPa / 550 °C	2MPa / 400 °C
V moyenne (m.s <sup>-1</sup> )	472	445	420	391

Figure III-7 : Estimation de la vitesse moyenne des particules en fonction des conditions de projection

Le refroidissement de 150°C du gaz propulseur entraîne une perte d'environ 27m.s<sup>-1</sup> de la vitesse moyenne des particules. Cette diminution est indépendante de la pression mise en jeu.

Ceci permet donc d'en déduire qu'une détente de 1MPa du gaz propulseur avant projection entraîne une diminution d'environ  $45\text{m.s}^{-1}$  de la vitesse moyenne des particules.

#### 2.2.3.4. Influence du masque sur la vitesse des particules

##### a. Détection du « bow shock »

Lors de la projection, les particules sont ralenties quelques millimètres avant la zone d'impact. Il existe en effet une zone de « recirculation », nettement séparée du reste du jet par une onde de choc aérodynamique courbée (cf. Chapitre 1, § 3.1.3). Ce phénomène, provoqué par l'impact du jet supersonique sur le substrat plan, a ici été visualisé par ombroscopie. Le dispositif expérimental est identique à celui décrit au paragraphe 2.2.3.1. L'éclairage stroboscopique a toutefois été remplacé par un éclairage continu direct, i.e. positionné en vis-à-vis de la caméra, halogène de 200W, et un montage spécifique permettant de modifier la largeur de la fente a été développé. Ce dernier a été fixé sur une table à vis micrométriques afin que la fente puisse être positionnée selon le diamètre du jet, perpendiculairement à l'axe de la caméra (Figure III-23). Ainsi, ce montage permet la visualisation d'une nappe de particules.

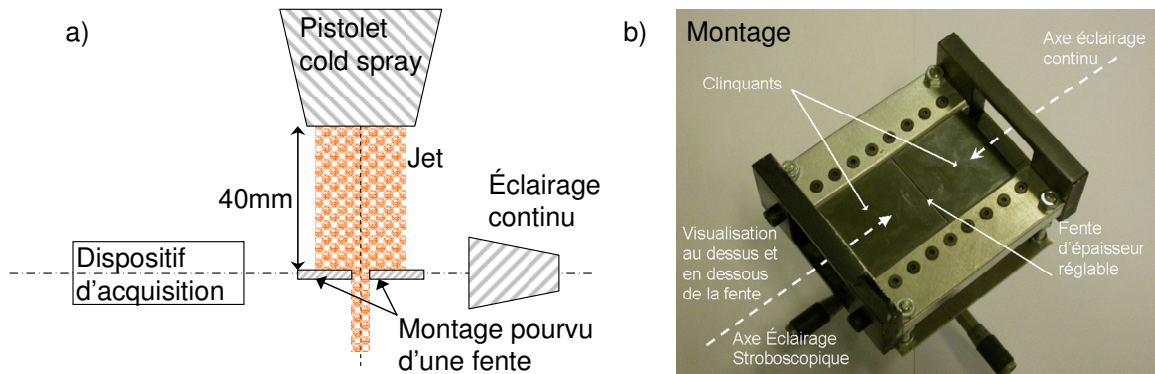


Figure III-23 : a) Schéma et b) image du montage utilisé pour modifier la largeur de la fente, équipé d'un éclairage continu positionné en vis-à-vis

Les sauts de densité du gaz engendrés par les ondes de choc aérodynamiques ont été détectés pour deux conditions de projection : 3MPa – 600°C et 2MPa – 400°C. D'aspect plus ou moins courbé, la forme et l'épaisseur de la zone de recirculation délimitée par l'onde de choc ont été fortement influencées par leur intensité (Figure III-24).

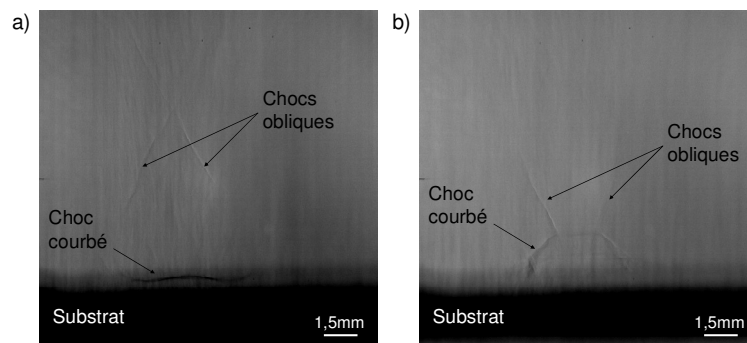


Figure III-24 : Images de la visualisation des ondes de choc aérodynamiques dans la zone d'impact pour deux conditions de projection : a) 2MPa 400°C et b) 3MPa 600°C

Si ce phénomène a été détectable dans le cas d'une projection sans dispositif de sélection des particules, la présence d'un trou ou d'une fente dans la plaque aurait pu modifier ces résultats. Des observations similaires ont donc été réalisées pour déterminer si la présence d'une fente ou la présence de particules dans le jet influait sur cette zone. A conditions de projection constantes, avec ou sans projection de particules, deux dimensions de fente ont été comparées : 0,4mm et 1mm (Figure III-25).

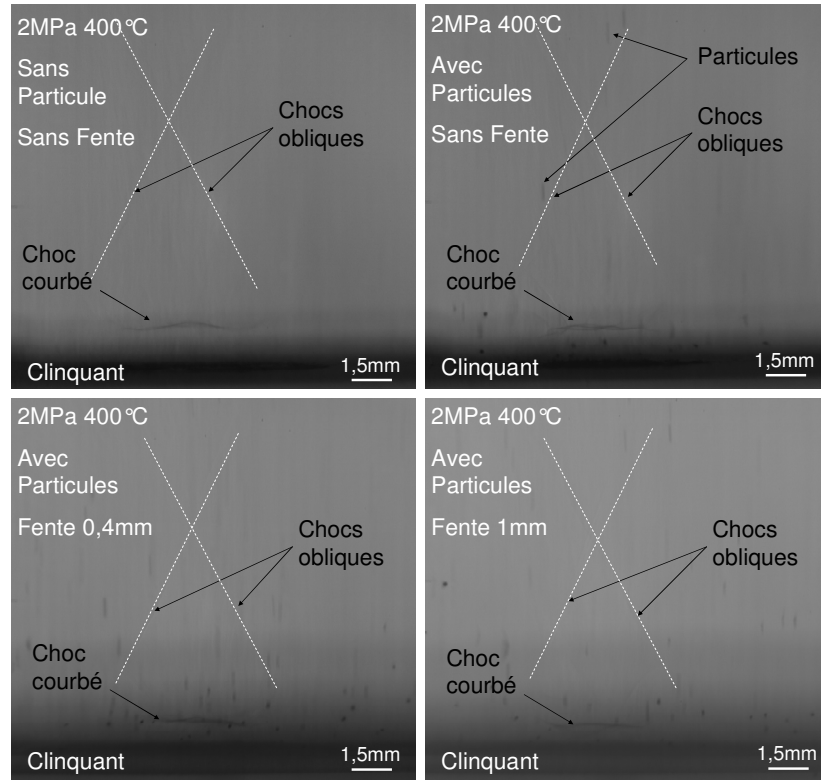


Figure III-25 : Images de la visualisation des ondes de choc aérodynamiques dans la zone d'impact a 2MPa 20°C avec ou sans fente et avec ou sans particules

La morphologie de la zone de recirculation reste inchangée lorsque des particules sont ajoutées. Ceci indique que l'interaction fluide matière est négligeable. D'autre part, l'insertion d'une fente dans l'axe du jet ne modifie pas l'interaction fondamentale fluide substrat en régime stationnaire. Toutefois, une diminution sensible de l'épaisseur de cette zone a été constatée avec une fente de 1mm. La décélération des particules est alors diminuée. La largeur de la zone de « recirculation » ne correspond pas au diamètre du jet. Cela indique que les particules situées en périphérie ne subissent pas la même décélération que celle proche du centre.

Dans la suite de cette étude, l'utilisation du dispositif de sélection des particules sera donc considérée comme faiblement perturbatrice aérodynamiquement. La décélération des particules sera alors considérée identique à celle subie lors d'une projection classique, sans masque.

#### b. Décélération des particules et évolution après la fente

La mesure de vitesse a été menée dans une zone en amont et en aval de la fente de 1mm de largeur, pour des conditions de projection de 2MPa et 400°C. La trajectoire des particules situées à proximité de la zone de recirculation a été visualisée puis l'évolution des particules après passage par la fente a été mise en évidence (Figure III-26).

Les particules situées en amont de la fente présentent une vitesse moyenne de  $372\text{m.s}^{-1}$ . Celles dont la trajectoire s'arrête dans la zone de recirculation, i.e. à moins de 2mm du clinquant, présentent les vitesses les plus faibles. Ces particules ont donc commencé à être ralenties.

La majorité des particules rebondissent sur le masque, exceptées celles situées dans le plan contenant l'axe de la fente. Circulant avec une vitesse moyenne de  $296\text{m.s}^{-1}$ , celles-ci sont largement ralenties. Toutefois, leur trajectoire indique une légère déviation par rapport à l'axe de projection. Les particules présenteront par conséquent un faible angle d'impact. Ce phénomène peut être la conséquence de l'engouffrement du gaz propulseur à travers la fente puis de son évacuation par les bords. Les particules acquièrent donc une légère vitesse tangentielle. Cependant, l'angle de déviation étant inférieur à  $5^\circ$ , l'influence de celui-ci sera supposée négligeable et sans conséquence majeure sur l'activation des phénomènes aux interfaces donc sur l'adhérence, dans la suite de cette étude.

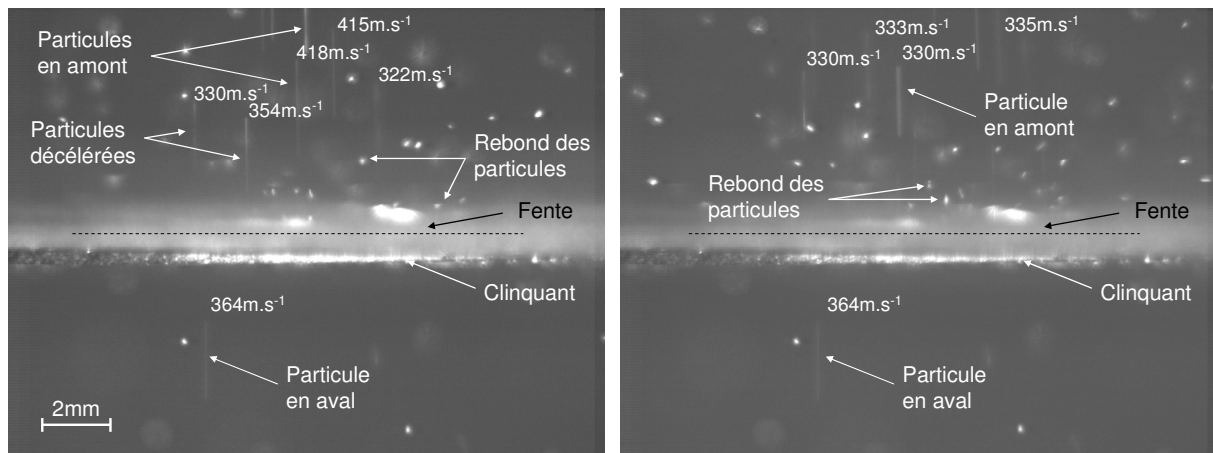


Figure III-26 : Images de la trajectoire des particules projetées à 2MPa 400°C, autour de la zone d'impact et en aval de la fente à deux instants différents

La vitesse des particules en aval de la fente, i.e. celles qui entrent en collision avec le substrat, est bien inférieure à celles des particules projetée en jet libre dans les mêmes conditions (cf. § 2.2.3.3). Cette vitesse peut représenter la vitesse d'impact des particules si l'on considère que celle-ci n'évolue pas sur les 8mm qui séparent le masque du substrat. En effet, cette distance pourrait avoir des conséquences sur la vitesse réelle d'impact : un film de gaz, comme une zone morte, pourrait ralentir ou dévier les particules si la distance séparant la fente du substrat était petite ; l'évacuation par les bords, sous la fente, du gaz dont l'écoulement serait perturbé par la fente pourrait accélérer de nouveau les particules, ou les dévier, si cette distance augmentait.

Si la vitesse en vol des particules peut être estimée, la vitesse d'impact quant à elle, i.e. celle atteinte par les particules quelques dizaines de microns avant contact, ne peut pas être mesurée aisément. L'utilisation d'un objectif à bien plus fort grandissement, d'un stroboscope à fréquence élevée, et de plusieurs systèmes d'acquisition reliés à un trigger permettrait une amélioration du dispositif expérimental et donc de mesurer précisément la vitesse d'impact des particules. Une seconde possibilité serait de procéder par comparaison entre expérience et simulation numérique d'impact des particules.

### 2.2.4. Estimation de la vitesse par simulation numérique

Afin d'estimer plus précisément la vitesse d'impact des particules, des simulations numériques d'impact à grande vitesse de particules ont été développées à l'aide du logiciel Abaqus® (cf. Chapitre 2, § 4.2). Ces simulations sont détaillées au Chapitre 4. Pour un diamètre donné, une vitesse d'impact est attribuée à la particule et la simulation numérique de l'impact est menée. La profondeur de pénétration ainsi que la déformation finale calculées de la particule et du substrat sont ensuite comparées à celles observées expérimentalement afin de valider la vitesse attribuée. Cette dernière est ensuite progressivement modifiée jusqu'à ce que les observations expérimentales et les simulations numériques correspondent. La vitesse d'impact est alors atteinte.

La comparaison de différentes déformations finales, vue de dessus (Figure III-27) et en coupe (Figure III-28), a permis d'aboutir à l'estimation de la gamme de vitesses d'impact des particules cold spray. Ces dernières entrent en collision avec le substrat à des vitesses comprises entre 200 et 470 m.s<sup>-1</sup>.

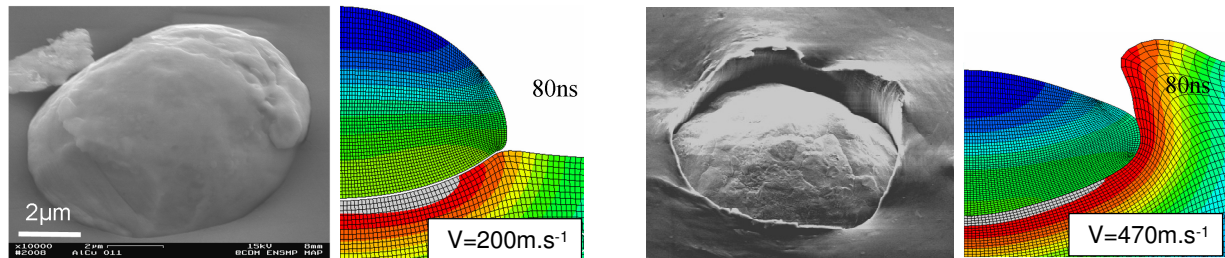


Figure III-27 : Vues de dessus des déformations finales expérimentales (à gauche) et vues en coupe de celles calculées numériquement (incluant le champ de température, à droite)

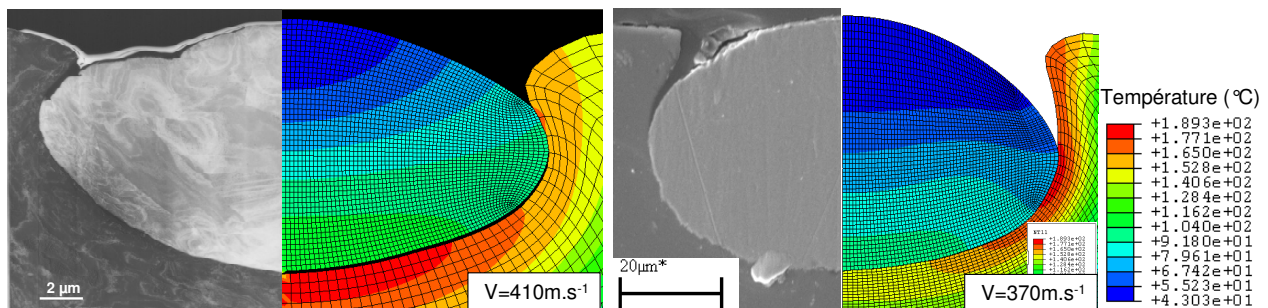


Figure III-28 : Vues en coupe des déformations finales expérimentales (à gauche) et de celles calculées numériquement (incluant le champ de température, à droite)

Selon leur position par rapport au centre du jet et leur diamètre, les particules projetées sous 2 MPa et 400°C présentent des vitesses d'impact situées entre 200 et 350 m.s<sup>-1</sup>. Cette gamme de vitesse correspond à celle mesurée expérimentalement qui indiquait une vitesse moyenne de 296 m.s<sup>-1</sup> (cf. § 2.2.3.4). La vitesse d'impact des particules projetées sous 3 MPa et 400°C est comprise entre 300 et 400 m.s<sup>-1</sup> et celle des particules projetées sous 3 MPa et 600°C entre 390 et 470 m.s<sup>-1</sup>. L'évolution des vitesses dans une section radiale du jet au moment de l'impact varie donc de 17 à 43% en fonction des conditions d'impact.

La détermination de la vitesse d'impact des particules pour les différentes conditions de projection permettra de lui faire correspondre des phénomènes qui se produisent localement tout le long de l'interface pendant l'impact (cf. Chapitre 5, § 1.4).



## 2.3. Conclusion et perspectives

La gamme des vitesses atteintes lors de l'utilisation du procédé d'écaillage laser a pu être estimée expérimentalement. Une variation de 225 à 600m.s<sup>-1</sup> a été mesurée en fonction des conditions d'expérience. Cela suffit à la mise en regard des impacts à caractère plan / plan, i.e. sans confinement, et sphère / plan, i.e. avec confinement, obtenus par projection cold spray. Cette dernière génère des impacts avec des vitesses comprises entre 200 et 470m.s<sup>-1</sup>, estimées expérimentalement et numériquement. Ces techniques de détermination des vitesses ont permis de définir des conditions de procédé de manière à obtenir la gamme de vitesses la plus large possible.

Les deux méthodes d'estimation de la vitesse d'impact des projectiles développées pour chaque procédé ont révélé une convergence des résultats. Cela indique que la détermination de ce paramètre est acceptable. Toutefois, l'ensemble des méthodes pourrait évoluer afin d'affiner les résultats. L'utilisation d'un objectif à plus fort grossissement pourrait améliorer les techniques de visualisation transverse par ombroscopie et de visualisation des trajectoires des particules. Cette dernière équipée d'un stroboscope à fréquence élevée ou d'une nappe laser donnerait accès à la vitesse des particules en fonction de leur position par rapport au centre du jet et éliminerait les mesures parasites. Enfin, la mise en place du système VISAR\* multipoint offrirait la possibilité de mesurer la vitesse en différents points de l'écaillage.

Une approche numérique pourrait également être développée pour approcher la vitesse d'envol des écailles. Les caractéristiques du laser étant connues, une simulation numérique du procédé pourrait être menée. Un critère d'endommagement du type Tuler-Butcher, i.e. dépendant de l'intensité et de la durée de la sollicitation mécanique, pourrait être appliqué à la plaque support. Ceci donnerait accès à la vitesse ainsi qu'à la morphologie de l'écaillage en vol. La difficulté réside dans la détermination des paramètres du critère d'endommagement.

## 3. TEMPERATURE AVANT IMPACT

La température des projectiles et des cibles avant impact est le troisième paramètre à déterminer pour mener à bien l'étude des phénomènes se produisant aux interfaces pendant l'impact. Ce paramètre sera déterminé ou estimé pour les deux procédés et sa forte influence sur l'adhérence sera démontrée.

Dans le cas du cold spray, l'effet sur cette température de la mise en place du système de discrimination des particules sera étudiée. Le coefficient d'échange convectif du gaz cold spray aux abords du substrat sera également déterminé à travers des simulations numériques et des mesures expérimentales menées en parallèles. Cela constituera l'étape préliminaire à la détermination de la température de préchauffage des matériaux.

### 3.1. Procédé d'écaillage par choc laser

Le procédé d'écaillage par choc laser est considéré isotherme jusqu'à la phase d'impact. Durant les expériences, la température du système a donc été imposée via un montage chauffant par induction régulée, composé de deux parties, l'une fixe et l'autre mobile (Figure III-29). La partie fixe était constituée d'une bobine à induction enserrée par un matériau réfractaire à l'intérieur d'un cylindre métallique de 10cm de longueur. Le projectile et la cible ont été positionnés dans l'axe de la pièce mobile dont le diamètre était inférieur à celui de la

bobine. Lors des expériences, la partie mobile a été positionnée de manière à ce que les spécimens aient été au cœur de la bobine, permettant ainsi de porter l'ensemble du système à des températures comprises entre 20 et 1000°C. Les températures sélectionnées pour cette étude ont été 20, 200 et 400°C. L'impact sans confinement à chaud a ainsi pu être réalisé.

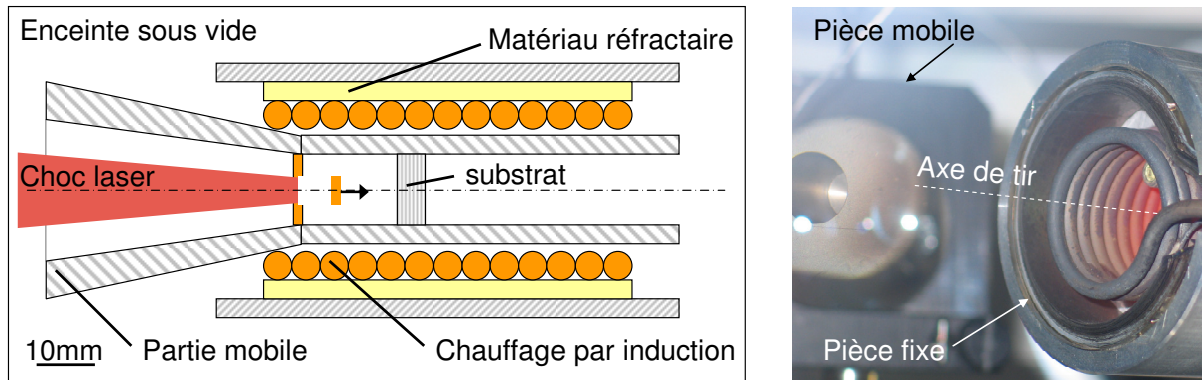


Figure III-29 : Schéma et image du montage de préchauffage par induction

### 3.2. Procédé cold spray

La particule et le substrat étant en contact avec un fluide en écoulement supersonique, leur température n'est pas directement accessible. En effet, due à la forte compression, la température de la zone de recirculation, entre le substrat et le choc courbe généré par l'impact du jet sur celui-ci, est plus élevée que celle des zones alentour et des matériaux. L'estimation de la température des matériaux dans cette zone n'est donc pas réalisable par les techniques expérimentales usuelles telles que la caméra thermique.

Seule l'évolution temporelle de la température de surface du substrat, i.e. sur une trentaine de microns d'épaisseur, a pu être déterminée. En effet, l'épaisseur d'interaction entre la particule et le substrat reste faible. Le substrat, en contact avec le jet turbulent pendant quelques millisecondes, est soumis à un échange convectif avec la zone de recirculation. La particule en vol est au moins soumise au même échange convectif lors de la traversée de cette zone. La détermination préalable de la température et du coefficient d'échange convectif de la zone d'impact du jet est donc nécessaire à la détermination de la température de surface du substrat et de la particule avant contact.

#### 3.2.1. Température de la zone d'impact du jet

La température du gaz propulseur comprimé, avant circulation dans la tuyère, est comprise entre 300 et 600°C. Ajoutées aux dimensions de la tuyère, ces données sont suffisantes pour que la température eulérienne puisse être calculée par simulation numérique en tous points de l'écoulement en fonction du type de tuyère et des conditions de projection (cf. Chapitre 1, § 4.1).

Néanmoins, pour déterminer la température de surface du substrat, seule la température de la zone d'impact est nécessaire. Cette dernière a été mesurée expérimentalement à l'aide d'un thermocouple laminé de type K relié à un boîtier d'acquisition (cf. Chapitre 2, § 2.1.4) pendant une projection sur la tranche d'une plaque d'inox de 2mm d'épaisseur positionnée à 40mm de la sortie du pistolet (Figure III-30). La plaque d'inox a été entourée de ruban thermique adhésif sur une épaisseur de 1mm. Le support ainsi obtenu a été considéré comme étant isolant.



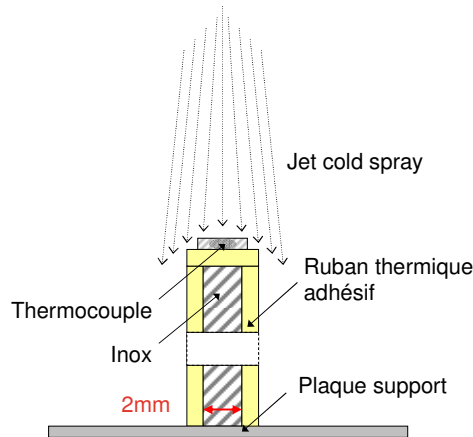


Figure III-30 : Schéma du dispositif de mesure de la température autour de la zone d'impact

Le thermocouple a été fixé sur le montage isolant avec du ruban thermique adhésif. L'établissement des conditions de projection a été réalisé hors de portée du thermocouple pour éviter que le ruban ne soit décollé par la violence du jet. La température du thermocouple n'a alors pas évolué (Figure III-31). En régime permanent, le pistolet a tout d'abord été déplacé rapidement au dessus du montage pour s'approcher de la position souhaitée, donnant une première température maximale (Figure III-31). Puis, un déplacement plus lent a été imposé dans le sens inverse afin d'atteindre la position optimale. La projection a ensuite été maintenue suffisamment longtemps pour obtenir la stabilisation de l'évolution de la température, traduite par l'obtention d'un palier pour la température moyenne de la zone ciblée (Figure III-31).

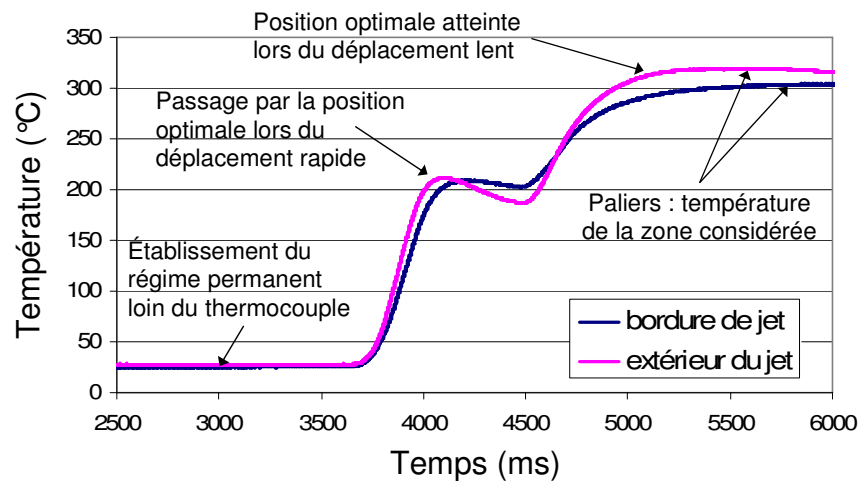


Figure III-31 : Evolution de la température au cours du temps enregistrée expérimentalement

Le chargement thermique du jet cold spray a été spatialement discrétisé en trois zones : le centre, le bord et l'extérieur à 5mm de la zone de recirculation. Les températures de ces différents secteurs ont donc été mesurées pour différentes conditions de projection (Tableau III-8).

	3MPa / 600 °C	3MPa / 400 °C	2MPa / 400 °C
centre du jet	525 °C	360 °C	330 °C
bord du jet	420 °C	256 °C	306 °C
5mm après le bord	418 °C	280 °C	320 °C

Tableau III-8 : Températures mesurées au centre, en bordure et 5mm à l'extérieur de la zone d'impact

La température de la zone d'impact du jet reste inférieure à celle du gaz dans la chambre de repos, i.e. avant son passage à travers la tuyère. Le refroidissement occasionné par la détente lors de la traversée de la zone divergente de la tuyère puis du jet libre est donc plus élevé que l'échauffement engendré par l'impact.

La température au centre du jet se révèle sensible aux conditions de projection puisqu'une diminution de 17,5% est constatée. Elle est, dans chaque cas, inférieure à la température de préchauffage du gaz propulseur. Toutefois, cet écart relatif se révèle plus faible pour les conditions de projection intermédiaires. D'autre part, contrairement à la température de préchauffage, l'augmentation de la pression du gaz, et donc de sa vitesse, influence peu la température du centre de la zone de recirculation.

Au bord du jet et à 5mm à l'extérieur, l'évolution de la température est plus sensible aux conditions de projection. La température dans ces zones se révèle d'autant plus élevée que les conditions de projection sont sévères. En effet, des diminutions moyennes de 30%, 25% et 5% sont observées pour les trois conditions de projection, respectivement 3MPa / 600°C, 3MPa / 400°C et 2MPa / 400°C. Excepté dans le cas des conditions les plus sévères, la température à l'extérieur du jet se révèle être supérieure à celle en bordure de jet.

### 3.2.2. Coefficient d'échange convectif de la zone d'impact du jet

La température de la zone d'impact étant déterminée, l'estimation du coefficient d'échange convectif dans cette zone peut être effectuée. Pour cela, des essais dynamiques de mesure de température ont été menés. Ils ont ensuite été modélisés numériquement afin d'approcher la valeur du coefficient d'échange convectif au centre, en bordure et à 5mm à l'extérieur du jet. L'application de ce coefficient à des modèles numériques a, par la suite, permis d'estimer la température des matériaux avant impact.

#### 3.2.2.1. Mesure dynamique de température

Le dispositif retenu pour ces mesures est identique à celui décrit au paragraphe précédent (§ 3.2.1). Le pistolet a été mis en mouvement, à vitesse donnée, pour défiler au dessus du thermocouple. Ce dernier a ainsi subi différentes durées de sollicitation thermique par la modification de la vitesse de traverse du pistolet. Pour différentes conditions de projection et pour différentes durées de sollicitation thermique, l'évolution de la température du thermocouple a été enregistrée (Figure III-32). Ce thermocouple a été successivement positionné dans les trois zones ciblées qui constituent le chargement thermique : le centre, le bord et l'extérieur de la zone de recirculation. L'ensemble des expériences réalisées et des résultats correspondants a été reporté dans le Tableau III-9. Dans cette analyse, seule la température maximale atteinte a été retenue (cf. § 3.2.2.3).

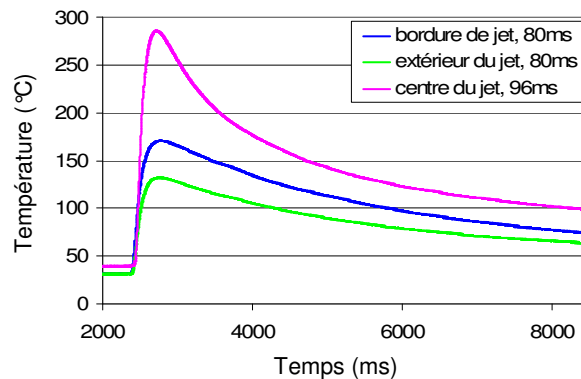


Figure III-32 : Enregistrement expérimental pour un chargement dynamique à 3MPa 600°C

Durée sollicitation (ms)	Conditions de projection	T <sub>initiale</sub> (°C)	T <sub>max</sub> (°C)	Position
36	3MPa / 600 °C	29	172	centre du jet
80	3MPa / 600 °C	31	171	bord du jet
80	3MPa / 600 °C	31	133	5mm après le bord
96	3MPa / 600 °C	38	286	centre du jet
48	3MPa / 400 °C	32	142	centre du jet
160	3MPa / 400 °C	28	155	bord du jet
160	3MPa / 400 °C	28	179	5mm après le bord
40	2MPa / 400 °C	27	92	centre du jet
80	2MPa / 400 °C	24	70	bord du jet
80	2MPa / 400 °C	24	85	5mm après le bord

Tableau III-9 : Conditions de chargement thermique dynamique et température maximale mesurée expérimentalement

### 3.2.2.2. Modélisation du thermocouple

Afin de mener à bien les simulations numériques du chargement thermique par cold spray et déterminer ainsi les coefficients d'échange convectif mis en jeu lors de la projection, la partie laminée du thermocouple a été observée (Figure III-33.a). Les analyses ont permis une modélisation simplifiée du thermocouple avant que les sollicitations thermiques induites par le jet de gaz (cf. Tableau III-9) ne soient simulées numériquement.

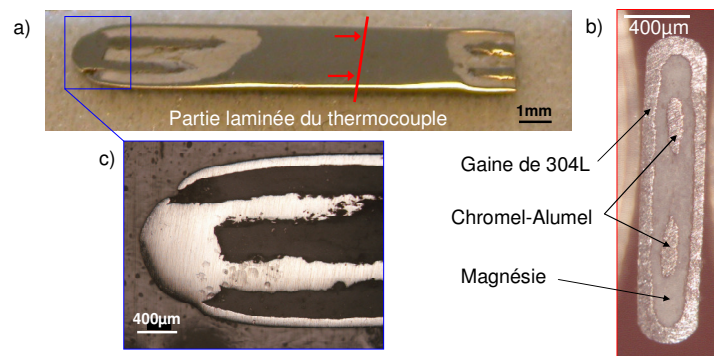


Figure III-33 : Images optiques du thermocouple a) vu de dessus, et en coupe b) verticale et c) horizontale

Les fils de chromel et d'alumel de la partie laminée du thermocouple sont convenablement isolés thermiquement de la gaine conductrice d'acier AlSi 304L par de la poudre de magnésie (Figure III-33.b). La section de la zone soudée peut être assimilée à une ellipse de petit diamètre 825µm et de grand diamètre 1100µm (Figure III-33.c). Cette section, qui évolue peu sur l'épaisseur, est extrudée sur 300µm. Contrairement à la face orientée vers l'extérieur, celle orientée vers l'intérieur n'est soumise à aucun chargement puisqu'elle est en contact avec la poudre réfractaire. De plus, contrairement à la face supérieure, la face inférieure du thermocouple n'est pas soumise au chargement thermique. En effet, le thermocouple étant plaqué sur la brique réfractaire lors des expériences, la face inférieure n'est pas sollicitée. Le thermocouple a donc été modélisé comme une poutre à section elliptique de 300µm de hauteur, sollicitée sur la moitié de sa surface (Figure III-34). La pièce et le chargement étant symétriques par rapport à l'axe du petit diamètre, seule la moitié de l'ellipse est prise en compte dans les simulations numériques.

Les diamètres de l'ellipse incluent les 50µm d'épaisseur de la gaine de 304L, interface entre l'extérieur et la zone soudée. En effet, la proximité des propriétés thermiques et de la masse volumique de la soudure et de la gaine de 304L fait que cette dernière peut être assimilée à du chromel-alumel.

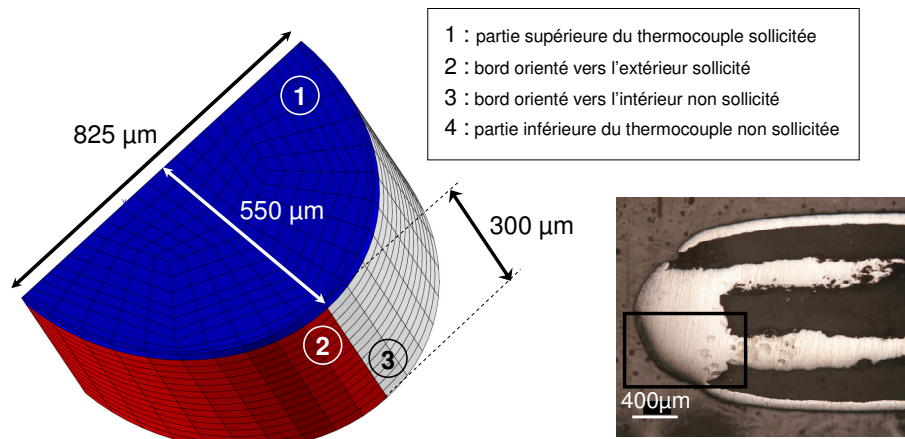


Figure III-34 : Schéma de la modélisation du thermocouple

### 3.2.2.3. Calcul du coefficient d'échange convectif

La simulation numérique du chargement thermique par les gaz cold spray a été réalisée. Pour le calcul du coefficient d'échange convectif, le thermocouple modélisé est soumis à une température connue pendant une durée déterminée par l'intermédiaire d'un fluide de coefficient d'échange convectif fixé. Ces trois données constituent en effet les paramètres d'entrée du calcul.

#### a. Méthode de calcul du coefficient d'échange convectif

A température et durée de chargements prédéfinies, une méthode d'optimisation de paramètre est utilisée pour estimer ce coefficient. Une valeur arbitraire lui est en tout premier lieu attribuée. L'évolution temporelle de la température du thermocouple en réponse à cette sollicitation thermique est ensuite calculée. Puis, la température maximale atteinte est comparée à la mesure expérimentale correspondant au chargement. La valeur du coefficient attribuée pour le calcul est ensuite modifiée de manière à faire coïncider les températures expérimentales et simulées numériquement. Au moment de l'optimisation, la valeur du coefficient d'échange convectif est considérée comme atteinte (Figure III-35). En effet, lorsque l'intensité de la sollicitation thermique est constante au cours du temps et que la température est constante à travers le matériau, à un coefficient d'échange donné correspond une et une seule température maximale atteinte.

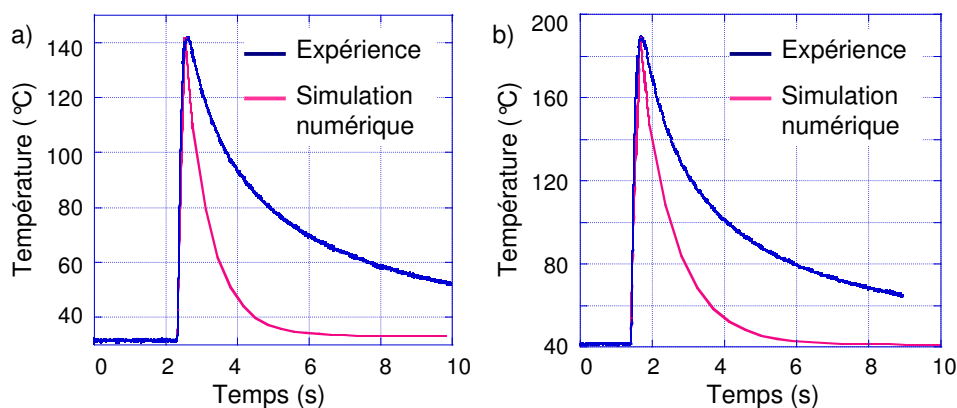


Figure III-35 : Evolution expérimentale et simulée de la température du thermocouple soumis à un chargement dynamique de 48ms sous a) 3MPa 400°C et b) 3MPa 600°C

Afin de rendre la comparaison plus aisée, les évolutions temporelles simulées sont volontairement dilatées selon l'axe du temps. Le temps de réponse du thermocouple supérieur à la durée de la sollicitation thermique et la restitution de la chaleur de la totalité de la gaine de la partie laminée du thermocouple modifient la forme de l'évolution expérimentale. Les pentes des courbes obtenues ne sont donc pas exploitables et seule l'information sur la température maximale atteinte est prise en compte. La dilatation des courbes simulées ne fausse donc en rien les résultats. La légitimité de la comparaison des températures maximales expérimentales et simulées provient du fait qu'à tout instant la température est homogène dans le thermocouple. En effet, le nombre de Biot\* ( $B_i$ ), défini comme suit, reste inférieur à 0,1 :

$$B_i = \frac{h.L}{\lambda} \quad (\text{Eq. III.1}) \quad \text{avec : } h, \text{ coefficient d'échange convectif } (\leq 7000 \text{ W.m}^2.\text{°C}^{-1}),$$

$$L, \text{ longueur de la zone affectée } (= 300 \mu\text{m})$$

$$\text{et } \lambda, \text{ conductivité thermique du mélange } (= 24 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1})$$

Afin d'éviter que la valeur de la température maximale atteinte ne soit altérée par la restitution de la chaleur du reste du système (cf. Annexe 2), l'extrémité elliptique du thermocouple a été maintenue dans une région plus chaude que le reste de sa partie laminée. Le refroidissement de l'ellipse a donc probablement été retardé mais la température maximale de la zone n'a pas été surestimée.

D'autre part, le taux de refroidissement élevé obtenu par simulation numérique provient de la forte valeur de coefficient d'échange convectif affecté durant cette phase de refroidissement.

Afin de corroborer les résultats et d'affiner l'estimation du coefficient d'échange convectif, un thermocouple plus fin, i.e. à très faible temps de réponse, pourrait être préconisé et la simulation numérique devrait prendre en compte l'ensemble de la partie laminée du thermocouple.

#### b. Estimation des coefficients d'échange convectif

La méthode d'optimisation décrite précédemment a été appliquée aux différentes sollicitations thermiques dynamiques décrites au paragraphe 3.2.2.2 afin de déterminer, pour chaque condition de projection, les coefficients d'échange convectif ( $h$ ) au centre, au bord et à 5mm à l'extérieur de la zone de recirculation (Tableau III-10).

Conditions de projection	$T_{\text{centre}}$ (°C)	$T_{\text{bord}}$ (°C)	$T_{\text{ext-5mm}}$ (°C)	$h_{\text{centre}}$ (W/m <sup>2</sup> /°C)	$h_{\text{bord}}$ (W/m <sup>2</sup> /°C)	$h_{\text{ext5mm}}$ (W/m <sup>2</sup> /°C)
2MPa / 400 °C	330	306	320	7000	1700	2300
3MPa / 400 °C	360	256	280	7100	4300	4600
3MPa / 600 °C	525	420	418	6400	4500	3000

Tableau III-10 : Coefficients d'échange convectif déterminés à partir des simulations numériques

L'intensification des conditions de projection entraînent une augmentation de la température de la zone centrale du jet et une diminution du coefficient d'échange convectif correspondant. L'intensification pourrait, en effet, être synonyme d'augmentation de la vitesse d'impact du jet d'une part, qui entraînerait l'élévation de la température, et d'augmentation du débit du gaz d'autre part, qui atténuerait l'échange convectif. L'évacuation trop rapide du gaz de la zone de recirculation pourrait en diminuer la turbulence.

L'évolution précédente n'est pas représentative de la périphérie et de l'extérieur du jet. Relativement à la périphérie, l'échange convectif est en effet favorisé pour des conditions de

projections moins intenses. En périphérie, l'évolution du coefficient est intermédiaire par rapport au centre et à l'extérieur du jet. En considérant que le coefficient d'échange convectif augmente avec la turbulence, il semblerait donc que cette dernière soit optimale pour les conditions de projection intermédiaires.

### c. Vérification du coefficient d'échange avec un chargement différent

Afin de vérifier la cohérence des estimations précédentes, des mesures dynamiques de température ont été effectuées sur un dispositif similaire à celui décrit au paragraphe 3.2.1. La plaque d'inox a toutefois été remplacée par une brique réfractaire dont la tranche mesurait 10mm. Ce matériau a été sélectionné, d'une part, afin de valider l'isolation de l'inox recouvert de ruban thermique adhésif, et d'autre part afin de permettre au choc courbé généré par l'impact du jet supersonique sur la plaque (« bow shock »), de s'établir sur une distance plus longue. Le thermocouple, maintenu au milieu, a ainsi subi un chargement prenant en compte les différentes zones d'impact du jet (Figure III-36). Les simulations numériques correspondantes ont été menées afin de confronter les températures maximales atteintes (Tableau III-11).

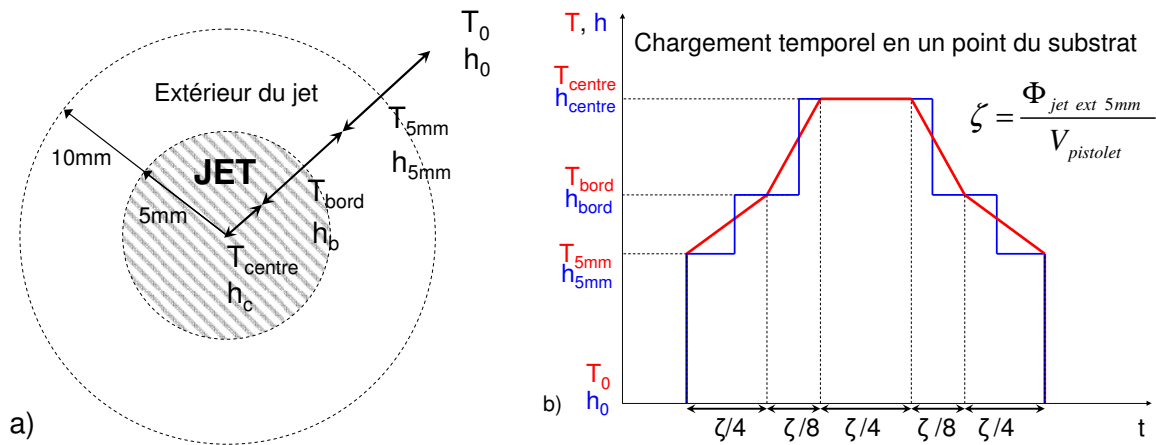


Figure III-36 : Schéma du chargement a) spatial de la zone d'impact et b) temporel du thermocouple

Conditions de projection	Chargement (ms)	T <sub>initiale</sub> (°C)	T <sub>max</sub> mesurée (°C)	T <sub>max</sub> calculée (°C)	Erreur relative (%)
3MPa / 400 °C	144	35	220	229	< 5
3MPa / 600 °C	144	40	310	300	< 5

Tableau III-11 : Températures maximales mesurées et calculées numériquement pour deux sollicitations thermiques plus complexes

Les températures maximales calculées sont proches de celles mesurées expérimentalement. La méthode d'estimation des coefficients d'échange peut ainsi être considérée comme étant représentative.

### 3.2.2.4. Discussion

Afin d'éviter toute erreur numérique, la modélisation du chargement thermique a nécessité une étude sur le raffinement du maillage et du pas de temps des calculs. Les tailles optimales de maille et de pas de temps ont été sélectionnées afin d'obtenir un bon compromis entre précision et temps de calcul. Le pas de temps a été optimisé de manière à ce que la température maximale atteinte lors du calcul soit effectivement la plus élevée.



Afin de simplifier les simulations numériques, la gaine de 304L recouvrant l'extrémité elliptique du thermocouple a été assimilée à du chromel-alumel puisque leur densité et leurs propriétés thermiques sont voisines (cf. Annexe 1). Toutefois, des simulations numériques différenciant les propriétés thermiques des deux matériaux pourraient être menées pour affiner les résultats. De plus, la géométrie du thermocouple pourrait être rendue avec plus de réalisme par la prise en compte de l'ensemble de sa partie laminée (cf. Annexe 2) et de l'évolution de la section sur la hauteur.

Le calcul du coefficient d'échange convectif ne doit pas dépendre de la durée de sollicitation thermique imposée. Afin de s'en assurer, une mesure en bordure de jet à 3MPa 400°C a été réalisée pour deux durées de sollicitation, 80 et 160ms, puis les coefficients d'échange correspondants ont été comparés. Les températures maximales mesurées étaient de 111°C et 155°C respectivement pour des températures initiales respectives de 33°C et 28°C. Les coefficients d'échange calculés se sont révélés similaires, tous deux proches de 4300W/m<sup>2</sup>/°C.

Le temps de réponse des thermocouples n'était pas suffisamment faible par rapport à la durée de la sollicitation thermique pour être négligé. Ainsi, dans l'évolution temporelle de la température du thermocouple, seule la température maximale atteinte a été considérée. Pour une plus grande précision dans la calibration des simulations numériques, des thermocouples plus fins pourraient être utilisés. Toutefois, l'intense agitation de la zone d'impact du jet pourrait engendrer leur destruction.

### 3.2.3. Température de surface de la cible

Les températures et coefficients d'échange convectif du jet dans la zone d'impact étant connus, la détermination de la température de surface du substrat pendant la projection a été réalisable. Ainsi, à partir de simulations numériques monodimensionnelles, ce paramètre a été calculé dans le cas de l'élaboration classique des particules élémentaires puis lors de l'utilisation du dispositif de sélection (cf. § 2.2.2.2).

#### 3.2.3.1. Température de surface lors d'une projection sans masque

##### a. Sollicitation thermique

La modélisation bidimensionnelle d'un substrat de 3mm d'épaisseur soumis au chargement thermique du jet cold spray a été réalisée. Pour cela, une tranche de substrat a été discrétisée en éléments de 250x50x10μm<sup>3</sup> (Figure III-37) afin d'autoriser la diffusion thermique normale et latérale dans le matériau.

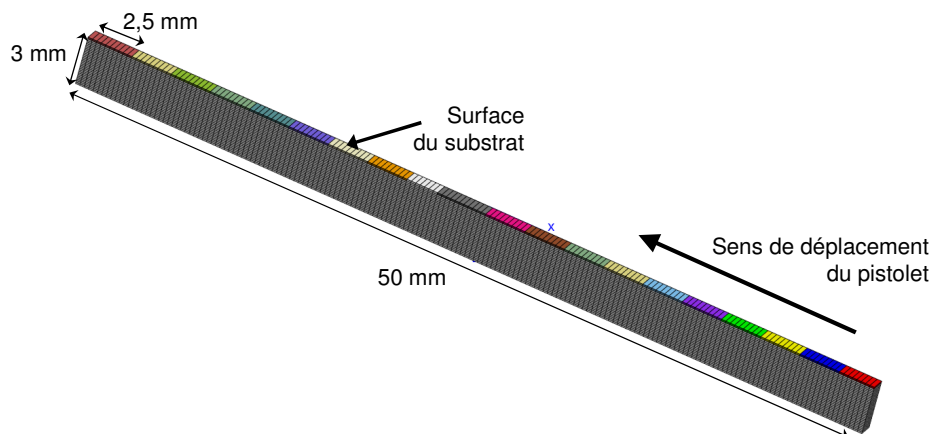


Figure III-37 : Schéma de la modélisation du substrat

Le passage rectiligne du pistolet au dessus du substrat induit en tout point un chargement thermique qui dépend de sa position. Du fait de l'évacuation radiale du gaz après impact, le jet positionné en un point donné soumet simultanément un chargement thermique d'intensité variable en tout point du substrat. A un instant donné, la discrétisation spatiale du chargement a donc été réalisée selon des segments de 2,5mm de longueur, représentés avec des couleurs arbitraires sur la figure III-37. L'évolution spatiale du chargement a été décrite au paragraphe 3.2.2.3 (cf. Figure III-36).

Tous les éléments d'un segment de 2,5mm de longueur sont donc simultanément soumis à un même chargement temporel. Une intensité donnée du chargement est ainsi maintenue sur ce segment pendant une durée  $t$  qui dépend de sa position et de la vitesse d'avance du pistolet (Figure III-38). Au-delà de 5mm à l'extérieur du jet, l'évolution de la température et du coefficient d'échange convectif a été supposée linéaire jusqu'à la température ambiante et à un coefficient d'échange convectif égal à  $1\text{W/m}^2/^{\circ}\text{C}$ , représentatif de la convection naturelle, non forcée par un écoulement laminaire ou turbulent.

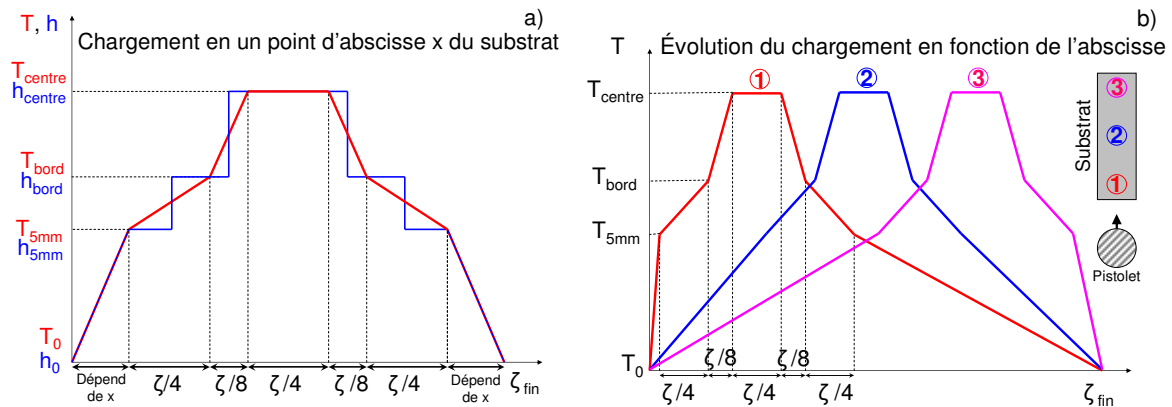


Figure III-38 : Schéma du chargement a) couplé entre coefficient d'échange et température et b) en différents points du substrat

$$\zeta = \frac{\Phi_{jet\ ext\ 5mm}}{V_{pistolet}} \text{ (Eq. III.2) représentant la durée de sollicitation thermique par le jet et}$$

sa couronne de 5mm, avec  $\Phi_{jet\ ext\ 5mm}$  le diamètre du jet incluant sa couronne de 5mm, et

$$V_{pistolet} \text{ la vitesse de déplacement du pistolet cold spray ; } \zeta_{fin} = \frac{L_{substrat} + \Phi_{jet \text{ ext } 5mm}}{V_{pistolet}}$$

(Eq. III.3) représentant l'instant de fin de la sollicitation thermique, avec  $L_{substrat}$  la longueur du substrat.

### b. Température de surface

Le modèle de chargement décrit précédemment a été appliqué pour calculer la température de surface du substrat induite lors d'une projection sous 3MPa et 600°C, par passage du pistolet à différentes vitesses : 10, 100 et 700mm.s<sup>-1</sup>. Les conditions limites de température et de coefficient convectif dans la zone d'impact du jet sont celles déterminées précédemment (cf. Tableau III-10, § 3.2.2.3). Plus la vitesse de défilement est élevée, plus l'élévation de température est faible (Figure III-39). Cette dernière est comprise entre 45 et 350°C en surface du matériau. Outre le temps de chargement plus court, cela est aussi dû au



fait que la température est moins homogène dans l'épaisseur. L'homogénéisation de la température par conduction normale abaisse alors la température.

Du fait de l'historique du chargement de chaque segment, la température de surface n'évolue pas de façon identique selon la position du point considéré. Les températures atteintes au moment du passage du centre du jet sur le point considéré sont différentes. Plus la vitesse de défilement du pistolet est élevée, plus cette valeur tend à s'homogénéiser à travers le matériau. L'augmentation relative de température liée à la fin de chargement, i.e. après le passage du pistolet au dessus du point considéré, s'atténue lorsque la vitesse de défilement augmente.

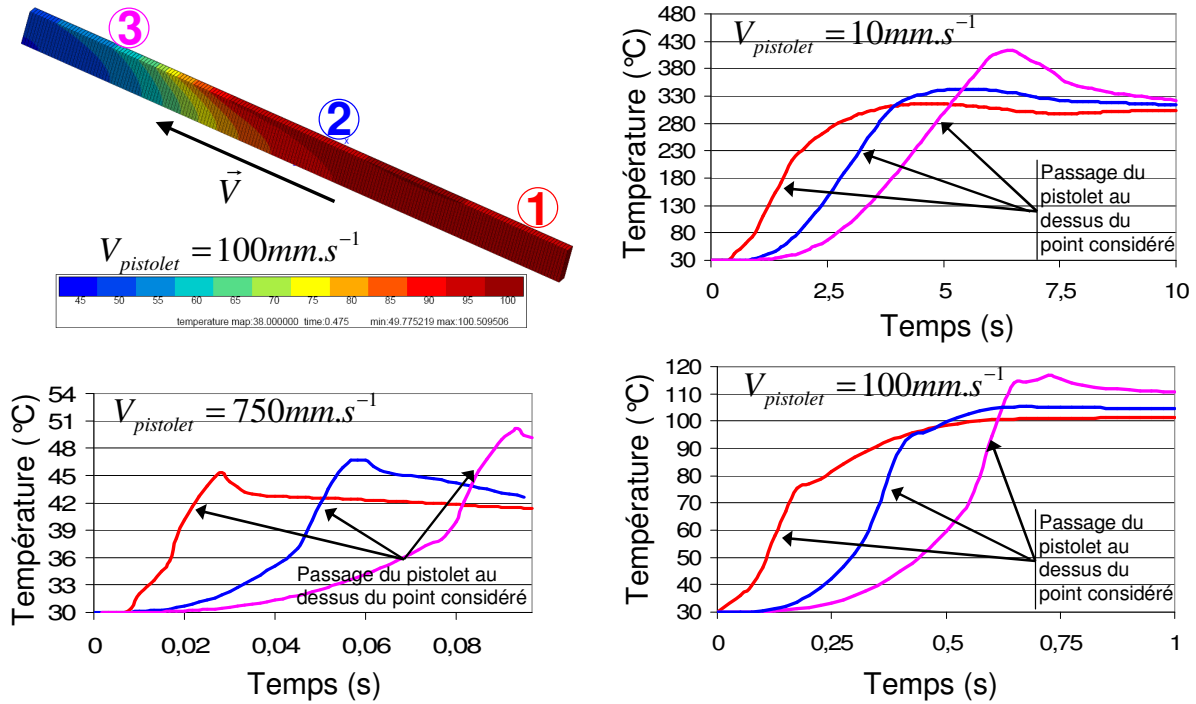


Figure III-39 : a) Champ de température à l'instant  $t_0$  et b), c) et d) évolution de la température au cours du temps en trois points du substrat

Les expériences réalisées au paragraphe 2.2.2 pour comparer les profondeurs de pénétration des particules obtenues avec et sans masque ont été réalisées en sélectionnant la vitesse de traverse du pistolet à  $750 \text{ mm.s}^{-1}$ . L'élévation de température au moment du passage du centre du jet, i.e. au moment de l'impact des particules sur le substrat, était alors négligeable. Ainsi, la comparaison des profondeurs de pénétration a été légitimée. En effet, une température élevée de la surface du substrat aurait amplifié ses déformations et donc la profondeur de pénétration de la particule sous l'effet de impact.

Enfin, une estimation analytique monodimensionnelle du modèle sans masque a été conjointement menée afin de prouver la nécessité des simulations numériques (cf. Annexe 2, § B). Le chauffage du substrat avant et après passage de la zone principale du jet n'est ainsi pas pris en compte. De plus, en dessous d'une vitesse de traverse du pistolet, la diffusion latérale qui préchauffe le substrat ne peut plus être négligée.

### 3.2.3.2. Température de surface lors d'une projection avec masque

#### a. Modèle et sollicitation thermique

Par hypothèse, durant la projection, seule la fine surface du substrat correspondant à l'image de la fente subit un chargement thermique pendant 5ms. Cette durée de sollicitation thermique correspond à une vitesse de déplacement de  $250\text{mm.s}^{-1}$  du pistolet, vitesse sélectionnée pour réaliser les expériences. Le chargement est constitué d'un unique couple température extérieure et coefficient d'échange convectif appliqué à un mur 1D constitué d'éléments de  $1\mu\text{m}$ . Les tranches du mur sont supposées évoluer indépendamment les unes des autres. Cela équivaut à une modélisation 1D au centre du pinceau cold spray en négligeant la conduction tangentielle à la surface. Le modèle classique du mur semi-infini soumis à un échange convectif a été donc appliqué (cf. Annexe 2). Les températures et coefficients utilisés ont été ceux du centre de la zone de recirculation déterminés au paragraphe 3.2.2.3.

#### b. Température de surface

La température du substrat en fonction de l'épaisseur après 5ms de sollicitation thermique a été calculée (Figure III-40.a). Celle-ci n'évolue que de quelques dixièmes de degrés sur une épaisseur de  $50\mu\text{m}$ . Cela indique que la température de la zone d'interaction entre la particule et le substrat est homogène. Celle-ci n'excède pas  $40^\circ\text{C}$ . La température à  $20\mu\text{m}$  en dessous de la surface du substrat a été calculée en fonction du temps de sollicitation (Figure III-40.b). Pour que l'élévation de température soit significative, pour qu'elle atteigne  $80^\circ\text{C}$  par exemple, il est nécessaire d'imposer une sollicitation thermique de 160ms, ce qui représente une vitesse de défilement inférieure à  $6,5\text{mm.s}^{-1}$ .

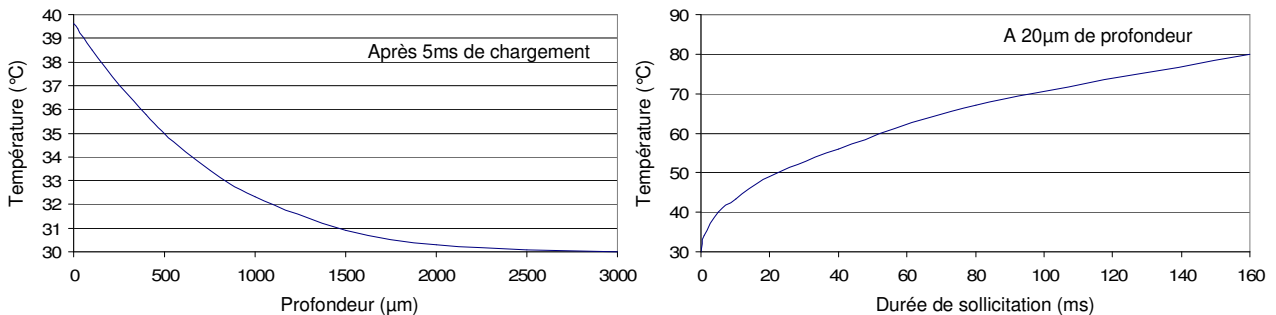


Figure III-40 : Evolution de la température en fonction a) de la profondeur pour un chargement de 5ms et b) de la durée de sollicitation à une profondeur de  $20\mu\text{m}$

Les expériences d'obtention de particules élémentaires ont été menées avec une vitesse de défilement de  $250\text{mm.s}^{-1}$ . L'élévation de température à la surface du substrat lors de l'utilisation du masque ne dépasse donc pas la dizaine de degrés. La température du substrat avant impact a donc été fixée à  $40^\circ\text{C}$  pour l'ensemble des simulations numériques développées au Chapitre 4.

### 3.2.4. Température d'une particule projetée par cold spray

Lors de sa projection, une particule en vol est soumise à un échange convectif avec le fluide. La zone supposée la plus favorable à cet échange est la zone de recirculation. L'élévation de température d'une particule de cuivre de  $20\mu\text{m}$  de diamètre lors de la traversée de cette zone a donc été calculée. Le modèle classique d'une sphère plongée dans un fluide et

soumise à un échange convectif donné a été appliqué. Une particule traverse une zone de 5mm d'épaisseur à  $200\text{m.s}^{-1}$  en  $25\mu\text{s}$ . Naturellement, ces données maximisent le temps d'interaction entre le fluide et la particule. Ainsi, quelles que soient les conditions de projection, la particule verra sa température augmenter de 30 à  $37^{\circ}\text{C}$  tout au plus. Cette élévation peut naturellement être considérée comme négligeable. Cependant, cette zone du jet n'est pas nécessairement la plus favorable à l'élévation de température de la particule.

En amont de cette zone, lors du passage par la tuyère et dans le jet libre, la particule voit sa vitesse varier au cours du temps. De plus, la température du gaz n'est pas homogène dans le jet puisque celui-ci subit des compressions et des détente dues aux chocs aérodynamiques (en forme de diamant dans le jet), et les coefficients d'échange convectif entre la particule et le jet sont extrêmement délicats à estimer. Ces derniers dépendent en effet de la turbulence du jet. Enfin, la traversée des ondes de choc aérodynamiques pourrait influencer sur la température des particules. Expérimentalement comme numériquement, la température des particules de poudre pendant leur séjour dans le jet n'est pas aisément accessible (cf. Chapitre 1, § 4.1.2).

La grande majorité des travaux antérieurs estime que l'échauffement des particules transportées est négligeable, étant donné leur faible temps de séjour dans le procédé cold spray. Une particule injectée en amont de la tuyère de De Laval subit en effet l'interaction gaz / matière durant une fraction de milliseconde avant de s'écraser contre le substrat. On considère donc dans cette étude que la seule phase pendant laquelle les particules peuvent s'échauffer est la traversée de la zone de recirculation. La température des particules avant impact a donc été fixée à  $40^{\circ}\text{C}$  pour l'ensemble des simulations numériques d'impact développées au Chapitre 4. Toutefois, la simulation expérimentale du procédé cold spray par accélération de poudre par choc laser permettrait de valider cette hypothèse en déterminant expérimentalement la température des particules avant l'impact.

### 3.2.5. Influence de la température des matériaux sur l'impact

Afin de comprendre dans quelle mesure la température des particules et du substrat avant impact influençait ce dernier, des impacts à différentes températures imposées ont été réalisés. Pour cela, un dispositif expérimental d'accélération de poudre par choc laser a été développé. La modélisation numérique de ce procédé a été menée en parallèle pour estimer l'accélération et la morphologie des particules avant impact.

#### 3.2.5.1. Dispositif expérimental d'accélération de poudre par choc laser

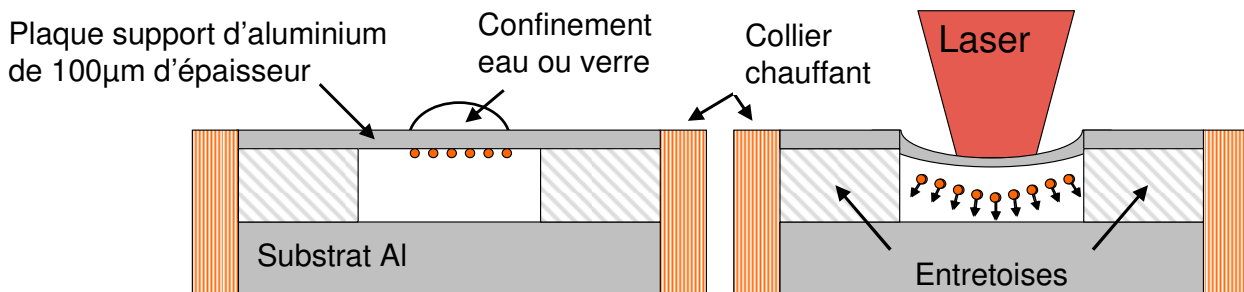


Figure III-41 : Schéma du procédé d'envol de poudre par choc laser

L'accélération des particules a été réalisée par choc laser (Figure III-41) en utilisant le laser LCD 20J (cf. Chapitre 2, § 3.2.1). Les particules de poudre ont été disposées sur une plaque d'aluminium de  $100\mu\text{m}$  d'épaisseur. Une fine pellicule de peinture d'aluminium

(10µm d'épaisseur environ, observée par MEB<sup>\*</sup>) a été utilisée pour maintenir les particules sur la plaque support avant le choc laser. L'ensemble a été positionné en vis-à-vis d'une cible d'aluminium de 3mm d'épaisseur. Les particules et le substrat ont été espacés de 5mm afin de permettre à la plaque support de subir de grandes déformations sans entrer en contact avec la cible.

Le choc laser, appliqué selon un disque de 6mm de diamètre sur la face avant de la plaque support, a été calibré (cf. Chapitre 6, § 2.1) pour imposer une pression de 1,5GPa en surface. La propagation des ondes de choc et de détente dans la plaque l'a mise en mouvement. Les particules de poudre ont ainsi été propulsées vers le substrat à une vitesse donnée, de plusieurs centaines de mètres par seconde. La courbure de la plaque déformée a toutefois indiqué que les particules les plus éloignées de l'axe de symétrie ont acquis une vitesse tangentielle. Les particules situées en périphérie entreraient par conséquent en contact avec la cible avec un angle d'impact non nul.

Un confinement verre de 1mm d'épaisseur a été préféré au confinement eau afin d'en conserver l'intégrité lors des essais à chaud. Ce confinement a permis d'amplifier l'effet du choc et d'augmenter par conséquent la vitesse des particules d'une centaine de mètres par seconde. Cette dernière est accessible via la simulation numérique de ce procédé (cf. § 3.2.5.3).

Avant sollicitation mécanique par irradiation laser, le collier chauffant entourant le système et relié à un bloc de puissance équipé d'un régulateur a permis de porter l'ensemble à une température donnée comprise entre 30 et 250°C. Trois températures, 20, 100 et 180°C, ont été sélectionnées afin de mettre en évidence l'importance de ce paramètre sur l'adhérence. La température du système a été contrôlée à l'aide d'un thermocouple de type K par mesure statique.

La finesse de la plaque rend celle-ci sujette à une intense déformation puis à l'endommagement par cisaillement sous forte sollicitation mécanique dynamique, i.e. au-delà d'un flux critique. Ce dernier dépend naturellement de l'épaisseur de la plaque support. L'intensité de choc (de 1,5GPa) a donc été choisie de manière à permettre une accélération élevée des particules tout en conservant l'intégrité du support de 100µm d'épaisseur. Tout endommagement impliquerait l'envol de cette plaque dans le sillage des particules. Cette écaille entrerait alors en collision avec le substrat après les particules, les déformant et les piégeant ainsi entre la plaque et le substrat. L'analyse de l'impact des particules à chaud serait alors erronée.

En pratique, la plaque et le substrat ont été maintenus dans un porte-cible circulaire en acier afin d'éviter toute dérive pendant la génération du choc. C'est donc l'ensemble du système qui a été porté à la température d'essai. Quelques secondes avant le tir, le collier chauffant a été retiré. Le porte-cible de 5mm d'épaisseur environ étant un système à forte inertie, les déperditions thermiques ont été supposées négligeables. La mesure de température a été menée sur la face arrière du substrat en contact avec le milieu environnant (Figure III-42).

Enfin, les phénomènes d'oxydation des surfaces durant la phase de chauffage engendrés par la présence de l'air emprisonné entre le substrat et la plaque support n'ont pas été considérés dans cette étude.

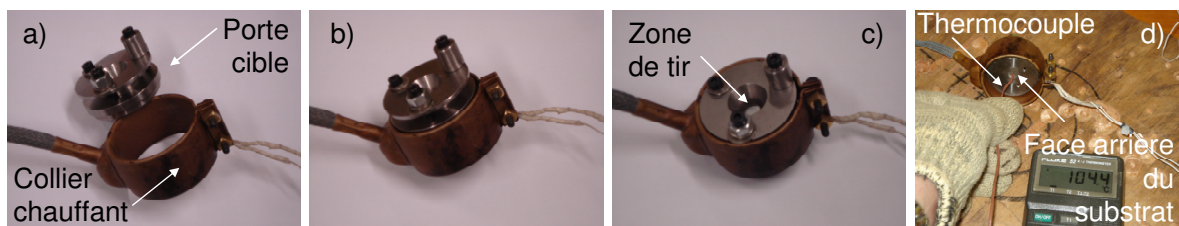


Figure III-42 : Images optiques de montage réel et du contrôle de la température

### 3.2.5.2. Effet de la température

Des particules de 60 $\mu$ m de diamètre en moyenne ont été portées à 20, 100 et 180°C avant d'être accélérées. Les tirs laser isoparamétriques appliqués ont permis de considérer les vitesses d'envol des particules constantes dans les différentes expériences. L'adhérence des particules sur le substrat a été observée et comparée (Figure III-43). Pour chaque température de préchauffage, la plaque support ne s'est pas déformée uniformément au centre et au bord de la tache laser, lors de l'irradiation (cf. Figure III-41). La vitesse des particules a donc été différente au centre et au bord de la zone irradiée. De surcroît, ce gradient de déformation a provoqué l'apparition d'une vitesse tangentielle d'impact pour les particules situées en périphérie (cf. Figure III-41).

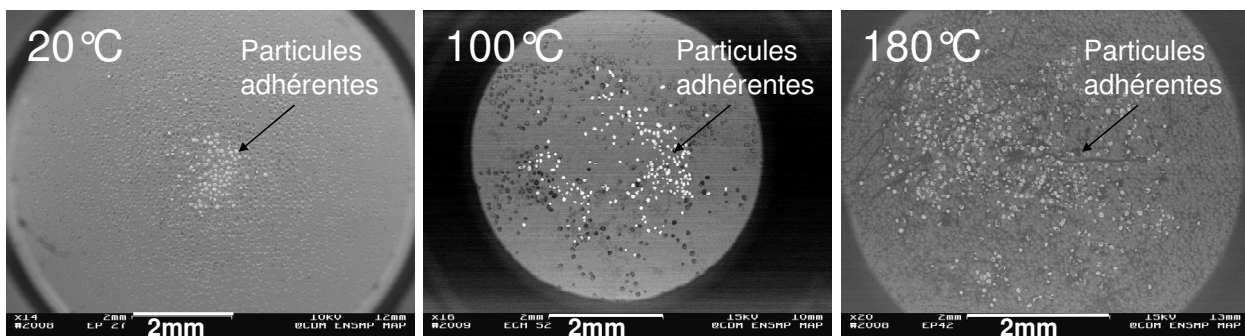


Figure III-43 : Observations MEB\* de l'adhérence des particules accélérées et portées à 20, 100 et 180°C

A 20°C, seules les particules les plus proches du centre du choc laser ont adhéré au substrat. Cela met en évidence qu'il existe une vitesse critique à l'adhérence des particules. Cette vitesse pourrait être déterminée par simulation numérique (cf. § 3.2.5.3).

A 100°C, les particules ont été détectées sur une zone circulaire plus large. Ceci implique que les particules moins rapides, localisées plus en périphérie, sont parvenues à adhérer au substrat. Ainsi, l'augmentation de la température du système a favorisé l'adhérence des particules.

A 180°C, la zone dans laquelle les particules ont été observées a permis de montrer que l'adhérence avait été améliorée. Les particules situées bien plus en périphérie, i.e. à faible vitesse, n'ont pas rebondi.

L'adhérence des particules a donc été d'autant plus élevée que la température avant impact du système était élevée. Le préchauffage des matériaux permet donc la diminution de la vitesse critique pour un couple donné. Ces résultats corroborent ainsi les éléments énoncés au Chapitre 1 (cf. § 3.1.2.1). L'élévation de la température des matériaux avant impact favorise les échanges métallurgiques, prononce l'ancrage mécanique et améliore ainsi l'adhérence des particules. Les profondeurs de pénétration des particules pour ces trois températures ont été observées et comparées (Figure III-44). L'élévation de la température a permis à la particule, à vitesse constante, de pénétrer plus profondément dans le substrat. Cette différence de profondeur a augmenté le temps d'interaction des matériaux, favorisant de ce fait les échanges métallurgiques et a modifié l'ancrage mécanique de la particule.

Par conséquent, la température du système constitué de la particule et du substrat influence directement l'adhérence des particules élémentaires via le temps d'interaction, l'ancrage mécanique ou les interactions métallurgiques. Outre le temps d'interaction, la température elle-même joue sur les échanges métallurgiques le long de l'interface, telle que la diffusion, lors de l'impact.



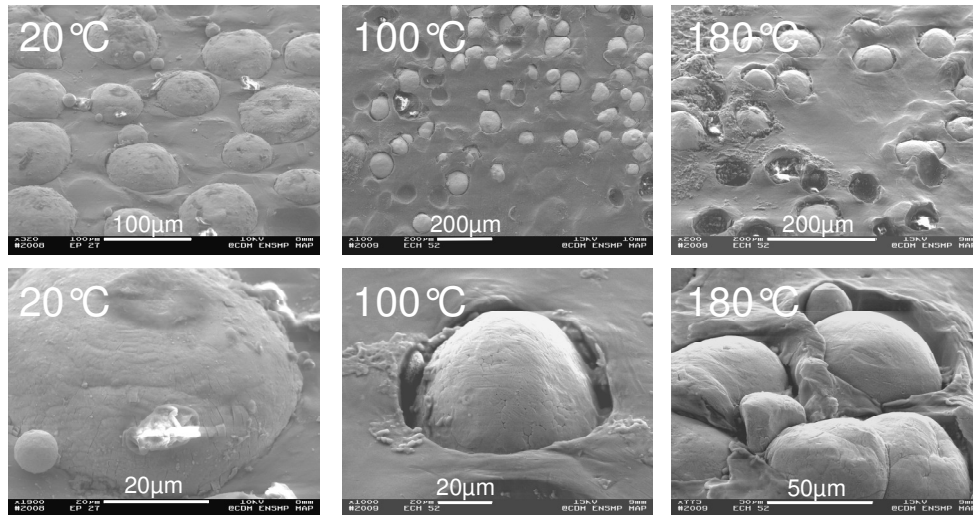


Figure III-44 : Observations MEB\* de la profondeur de pénétration des particules accélérées et portées à 20, 100 et 180°C

### 3.2.5.3. Modélisation numérique du procédé d'envol par choc laser

Afin de déterminer la vitesse d'envol des particules, la modélisation de l'accélération par choc laser a été développée à l'aide du logiciel Abaqus®. Le cas élémentaire d'une particule située sur l'axe de la tache laser a été choisi pour éviter toute apparition de vitesse tangentielle et conserver ainsi un système axisymétrique (cf. Figure III-41). Une particule de 50µm de diamètre déposée au centre d'une plaque d'aluminium de 100µm d'épaisseur a été soumise au chargement laser. Les paramètres laser utilisés pour ces simulations ont été déterminés expérimentalement (cf. Chapitre 6, § 2.1). Une pression de 1,5GPa a ainsi été appliquée sur une zone de 6mm de diamètre de la face avant de la plaque support durant 40ns environ (cf. Chapitre 2, § 3.2.1). Les paramètres utilisés pour décrire le comportement des matériaux sont identiques à ceux du Chapitre 4, consacré à la modélisation numérique de l'impact. La température du système a été imposée à 20°C et les extrémités du système ont été maintenues fixes. La vitesse d'envol correspondante de la particule a été calculée (Figure III-45).

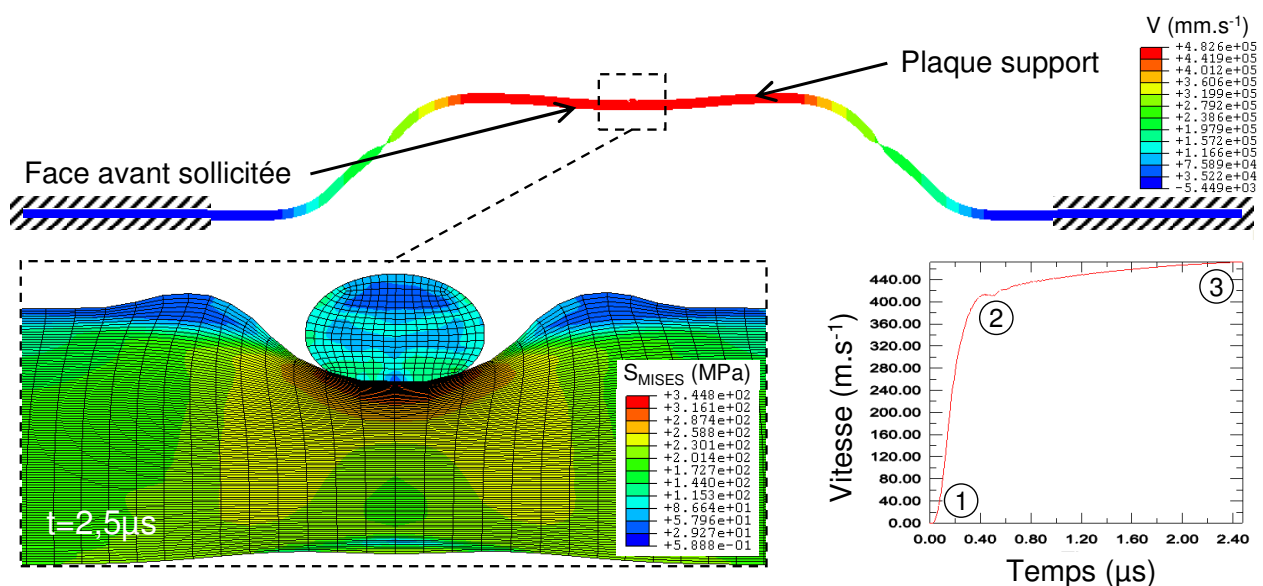


Figure III-45 : Déformation de la plaque et de la particule lors de l'envol et évolution de la vitesse calculée au cours du temps de la particule

L'impact laser a fortement déformé le support qui a ainsi mis la particule en mouvement. La durée de propulsion de la particule a été bien supérieure à la durée d'impulsion laser puisque la plaque support a continué de se déformer sur une zone bien supérieure à 6mm après la fin de la sollicitation mécanique induite par l'irradiation laser. Cette déformation de type membranaire a permis de mettre la particule en vitesse à près de  $500\text{m.s}^{-1}$ . Trois zones caractéristiques ont été constatées dans l'évolution de la vitesse moyenne de la particule au cours du temps.

La première indique un léger retard de la mise en mouvement de la particule par rapport à l'origine de la sollicitation mécanique. Ce retard peut être expliqué par la déformation plastique de la particule et du support à l'interface. Cette déformation absorbe pendant un bref instant l'énergie transmise de la plaque support à la particule (Figure III-46.1). La particule est ensuite accélérée.

La deuxième indique une brusque diminution de l'accélération aux alentours de  $0,3\mu\text{s}$ . Cette phase correspond à l'instant où l'enclassement de la particule dans le support était maximal (Figure III-46.2). Par conséquent, la brusque décélération de ce dernier n'a pas libéré la particule mais a entraîné sa décélération.

La troisième zone donne accès à la vitesse d'envol de la particule. Dans cette zone, le substrat qui enserrait la particule s'écarte, élargissant le cratère, permettant ainsi la libération puis l'envol de la particule (Figure III-46.3)

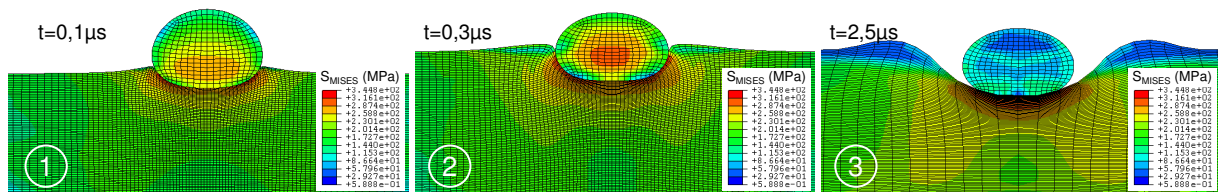


Figure III-46 : morphologie calculée de la particule et du substrat à différents instants de l'accélération

La validation de cette modélisation numérique a été réalisée via des observations expérimentales de déformation. La morphologie de la face supérieure des particules enclassées dans la cible, correspondant à la face en contact avec la plaque support, a été visualisée et reconstruite par stéréoscopie (Figure III-47). Puis, ces déformations ont été comparées à celles obtenues par simulation numérique (Figure III-48). En effet, à  $t=2,5\mu\text{s}$ , la morphologie de la face de la particule en contact avec le support n'évolue plus. La confrontation entre simulation numérique et expérience a donc été représentative.

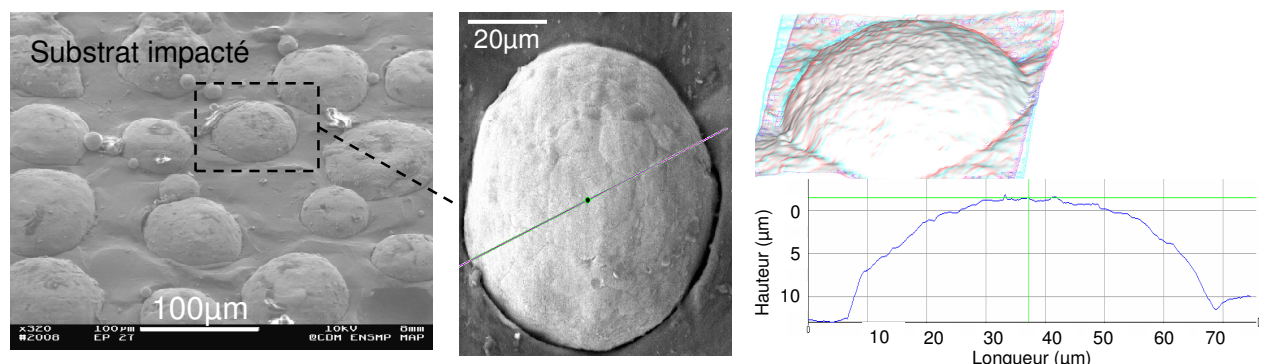


Figure III-47 : a) et b) Observations MEB\* des particules projetées sur la cible à  $20^{\circ}\text{C}$ , c) et d) reconstruction 3D de la morphologie des particules avec profil topographique

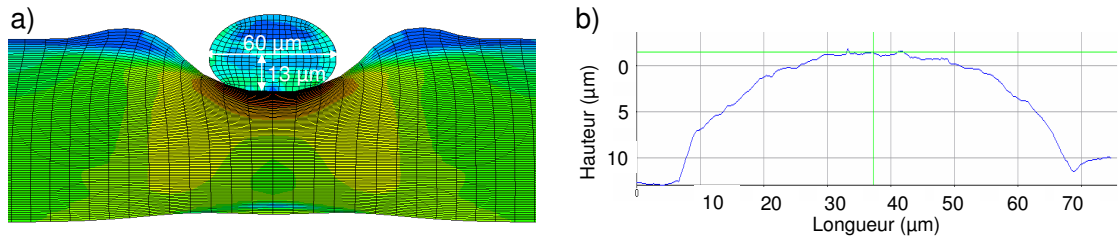


Figure III-48 : Morphologie de la particule a) après accélération calculée numériquement et b) après impact observée expérimentalement

La morphologie de la particule accélérée par choc laser observée expérimentalement correspond à celle calculée numériquement. La simulation numérique d'accélération par choc laser peut donc être considérée comme cohérente. En effet, si le système avait été soumis à une accélération plus ou moins élevée, la déformation et par conséquent la morphologie de la particule auraient été différentes. Les niveaux de vitesse atteints par les particules au moment de l'envol ont donc été représentatifs.

Toutefois, la faible profondeur de pénétration des particules dans la cible, observée expérimentalement pour un système conservé à 20°C (cf. § 3.2.5.2), laisse à penser que la vitesse d'impact des particules était en réalité bien inférieure à la vitesse d'envol calculée. La particule aurait donc subi une décélération durant son vol. L'environnement air choisi pour réaliser les expériences pourrait en être la cause. En effet, après désolidarisation de la plaque support, la particule sphérique en vol supersonique circule dans un fluide au repos sur une distance de 2mm environ. Des expériences sous vide devraient être menées pour vérifier ces hypothèses et, par la suite, pallier ce problème.

La détermination de la décélération pendant la phase d'envol ou le recours aux expériences menées sous vide permettraient de calculer la vitesse critique d'adhérence des particules (cf. Chapitre 1, § 3.1.2.1) pour une température donnée. De plus, la détermination de la vitesse d'impact de la particule sur la cible lors de ce procédé permettrait l'estimation de la température avant impact de la particule projetée par cold spray. En effet, pour une vitesse donnée, un abaque de la profondeur de pénétration des particules en fonction de la température pourrait être établi. La confrontation avec l'ancrage des particules obtenues par cold spray aboutirait à la détermination de la température de ces dernières avant impact.

L'intense déformation entre la particule et la plaque support doit augmenter la température locale le long de l'interface. Couplé à la pression de contact, ce phénomène peut engendrer de l'adhérence entre les deux matériaux. Lors de la désolidarisation, la vitesse d'envol de la particule pourrait être légèrement diminuée. Afin d'estimer avec plus de précision cette vitesse d'envol, un matériau présentant une dureté similaire mais moins métallurgiquement réactif avec le cuivre pourrait être préféré pour remplacer la plaque support d'aluminium.

### 3.3. Conclusion et perspectives

Via des expériences menées avec le procédé d'accélération par envol de poudre développé dans cette étude, l'influence de la température des projectiles et des cibles sur l'adhérence a été mise en évidence. Outre l'aspect morphologique d'ancrage des particules dans le substrat qui ont été montrés, des phénomènes plus locaux favorisant l'adhérence doivent se produire aux interfaces.

Le procédé d'écaillage étant considéré comme isotherme, la température des écailles en vol a été fixée et contrôlée par un dispositif expérimental de chauffage par induction. Les trois températures de 20, 200 et 400°C ont été sélectionnées pour réaliser les impacts d'écaillage.



La température de préchauffage des matériaux soumis au procédé cold spray a été moins aisément accessible. L'interaction fluide – matière, passant par la détermination de la température et du coefficient d'échange convectif du fluide aux alentours de la zone d'impact du jet, a été déterminée en développant expériences et simulation numériques en parallèle. Ces mesures et calculs devraient toutefois continuer d'être développés afin d'affiner l'estimation des coefficients d'échange.

Via la mise en place de simulations numériques, le calcul du coefficient d'échange a permis d'accéder à la température du substrat lors du passage linéaire du pistolet au dessus du substrat puis lors de l'utilisation du montage de discrimination. Dans les deux cas, l'interaction entre le gaz et la matière fait augmenter la température du substrat d'une dizaine de degrés tout au plus. Pour ce procédé, la température du substrat au moment de l'impact est donc fixée à 40°C dans la suite de cette étude.

Au cours de leur trajet, les particules de poudre sont soumises à de nombreux échanges convectifs complexes. La température atteinte par la particule lors de son vol est de ce fait difficile à appréhender. Lors de son passage par la zone de recirculation, zone supposée prépondérante pour l'échange convectif, la particule voit également sa température augmenter d'une dizaine de degrés tout au plus. L'hypothèse d'une température constante avant impact est donc largement envisageable. Celle-ci sera donc fixée à 40°C pour la suite de l'étude. Toutefois, l'utilisation du procédé d'envol de poudre par choc laser développé ici permettrait de s'assurer définitivement de la validité de cette hypothèse ou de déterminer grâce à des abaques la température exacte de particules quelques instants avant l'impact.

## 4. CONCLUSION

Afin de comprendre les phénomènes qui se produisent aux interfaces lors de l'impact et qui permettent l'adhérence des projectiles sur la cible, les conditions d'impact devaient, au préalable, être déterminées. Quel que soit le procédé choisi pour générer les impacts, ces conditions d'ordre métallurgique, mécanique et thermique ont concerné les projectiles et les cibles. L'objet de ce chapitre a été de les définir puis de les quantifier. Ainsi, expériences et simulations numériques se sont succédées afin d'estimer épaisseur de couche d'oxyde, morphologie, propriétés mécaniques locales, vitesse et température des matériaux mis en contact.

L'analyse de l'état métallurgique des matériaux a dû être menée puisque celui-ci influence l'évolution des phénomènes apparaissant aux interfaces pendant l'impact et, par conséquent, influence l'adhérence des projectiles sur les cibles. Comprises entre 20 et 110nm, les épaisseurs de couche d'oxyde se sont révélées suffisamment diverses pour permettre, défavoriser voire inhiber les interactions entre le projectile et la cible.

Les impacts engendrés par le procédé d'écaillage par choc laser ont pu être considérés comme étant à caractère plan / plan, i.e. sans confinement de l'écaillage dans le substrat. L'évolution de la morphologie de l'écaillage au cours de l'envol, caractérisée par la déformation de sa face supérieure, s'est en effet révélée suffisamment homogène pour cela. Une amélioration du système de visualisation transverse par ombroscopie permettrait toutefois d'affiner l'analyse. La désagrégation de la périphérie de l'écaillage au cours de l'envol a été mise en évidence et a entraîné par endroits le poinçonnage, par les débris, de l'écaillage adhérente.

La variation de certains paramètres du procédé, i.e. l'épaisseur de la plaque support ou le flux laser, a permis de modifier la vitesse des écailles. Les systèmes de mesure par ombroscopie et par interférométrie laser mis en place ont révélé des accélérations d'écailles jusqu'à des vitesses comprises entre 225 et 600m.s<sup>-1</sup>.

Le procédé d'écaillage a été supposé isotherme. Pour chaque tir, la température du système a, par conséquent, été fixée et contrôlée via un montage de chauffage par induction régulée. Trois températures ont été sélectionnées pour cette étude : 20, 200 et 400°C.

Les impacts engendrés par le procédé cold spray ont pu être considérés comme étant à caractère sphère / plan, i.e. avec confinement de la particule dans le substrat.

Parce que le passage linéaire du pistolet au dessus du substrat engendre une superposition des vitesses d'impact, un procédé de sélection des particules a dû être développé. L'influence de ce dernier sur la vitesse d'impact a été mise en évidence et quantifiée expérimentalement. Outre la détermination d'une distance de projection offrant la gamme de vitesse la plus élevée, ce dispositif a permis de mettre en évidence la décélération des particules aux abords de la zone de recirculation et à la traversée de la fente. Ainsi, la vitesse en aval de la fente, proche de la vitesse d'impact, a pu être estimée. S'affranchissant de l'histoire de la particule, la confrontation des observations expérimentales et de la simulation numérique d'impact a permis de déterminer la vitesse des particules en fonction des conditions de projection. Celle-ci variait entre 200 et 470m.s<sup>-1</sup>.

L'interaction fluide matière, passant par la détermination de la température et du coefficient d'échange convectif du fluide aux alentours de la zone d'impact du jet, a été déterminée en développant expériences et simulations numériques en parallèle. Ces mesures et calculs pourraient toutefois continuer d'être développés afin d'affiner l'estimation des

coefficient d'échange. Ce coefficient d'échange calculé a permis de nourrir des simulations numériques afin d'accéder à la température du substrat lors du passage linéaire du pistolet au dessus de ce dernier, puis lors de l'utilisation du montage de sélection. Dans les deux cas, l'interaction entre gaz et substrat fait augmenter la température de ce dernier d'une dizaine de degrés tout au plus. Pour ce procédé, la température du substrat au moment de l'impact sera fixée à 40°C dans la suite de cette étude.

Du fait du caractère supersonique de l'écoulement, les particules de poudre sont soumises au cours de leur trajet à de nombreux échanges convectifs complexes. La température atteinte par la particule lors de son vol est de ce fait difficile à appréhender. Lors de son passage par la zone de recirculation, zone de température élevée et de très fort échange convectif, la particule voit sa température augmenter d'une dizaine de degrés tout au plus. L'hypothèse d'une température constante avant impact est donc largement envisageable. Celle-ci sera fixée à 40°C pour la suite de l'étude. Toutefois, l'utilisation du procédé d'envol de poudre par choc laser permettrait de s'assurer définitivement de la validité de cette hypothèse. Le développement de ce procédé a permis de mettre en évidence l'importance de la détermination de la température du système de matériaux utilisé dans le cadre de l'étude de l'adhérence.

L'objet du reste de cette étude est de comprendre dans quelle mesure les conditions de projection influencent l'adhérence. Pour cela, l'analyse des interfaces est nécessaire. Ainsi, l'évolution pendant l'impact des paramètres tels que la pression ou la température tout le long de l'interface sera déterminée et les phénomènes locaux associés mis en évidence. Enfin, les niveaux d'adhérence correspondants seront recherchés.

---

*Chapitre 4 :*  
*Modélisation numérique de l'impact*

---



# Chapitre 4 :

## Modélisation numérique de l'impact

### Sommaire

<b>1. MODELISATION DE L'IMPACT DES PARTICULES.....</b>	<b>122</b>
1.1. Modèle de simulation numérique .....	122
1.1.1. Modélisation et maillage .....	122
1.1.2. Conditions initiales.....	123
1.1.3. Conditions limites.....	123
1.2. Influence de la vitesse d'impact .....	123
1.2.1. Evolution de la morphologie finale particule – substrat.....	123
1.2.2. Evolution de la température à l'interface .....	124
1.2.3. Evolution de la pression de contact.....	126
1.2.4. Conclusion.....	128
1.3. Influence du diamètre de particule .....	128
1.3.1. Evolution de la morphologie finale.....	129
1.3.2. Evolution de la température à l'interface .....	129
1.3.3. Evolution de la pression de contact.....	130
1.3.4. Conclusion.....	131
1.4. Influence de la nature du substrat.....	131
1.4.1. Evolution de la morphologie finale.....	131
1.4.2. Evolution de la température à l'interface .....	132
1.4.3. Evolution de la pression de contact.....	133
1.4.4. Conclusion.....	133
<b>2. MODELISATION DE L'IMPACT DES ECAILLES .....</b>	<b>134</b>
2.1. Modèle de simulation numérique .....	134
2.2. Influence de la température de préchauffage .....	134
2.2.1. Evolution de la morphologie finale.....	134
2.2.2. Evolution de la température à l'interface .....	135
2.2.3. Evolution de la pression de contact.....	136
2.2.4. Conclusion.....	137
<b>3. CONCLUSION.....</b>	<b>139</b>



Les projectiles mis en vitesse par projection dynamique s'écrasent à l'état solide sur les cibles maintenues fixes. En fonction des conditions d'impact, déterminées au chapitre précédent, le niveau d'adhérence des particules diffère (cf. Chapitre 6, § 3.2). Les phénomènes responsables de l'adhérence se développent donc de manière plus ou moins complète (cf. Chapitre 5, § 5). Afin de comprendre l'origine et l'évolution de ces phénomènes survenant aux interfaces en fonction des conditions d'impact, il convient de déterminer l'évolution des paramètres le long de l'interface, comme la pression de contact ou la température locale. Aucune expérience n'a toutefois été développée à ce jour afin de les estimer. En effet, l'aspect largement hors d'équilibre et non-linéaire de l'impact rend l'analyse expérimentale extrêmement délicate, y compris par observation post-opératoire. Ces paramètres se révèlent donc uniquement accessibles par simulation numérique de l'impact, qui fera l'objet de ce chapitre. La détermination de l'évolution des paramètres le long de l'interface permettra a posteriori la prédiction de zones à observer préférentiellement à l'échelle submicronique.

La simulation numérique de l'impact de particules sphériques sera en tout premier lieu développée. Ainsi, l'évolution des grandeurs locales à l'interface pourra être étudiée en fonction de la vitesse d'impact. L'influence du diamètre ainsi que de la nature du substrat y sera également abordée. De plus, le modèle de simulation numérique y sera explicité et les grandes hypothèses de calcul posées.

L'influence de la température de préchauffage sur l'évolution des paramètres locaux, le long de l'interface, sera dans une seconde partie mise en évidence par simulation numérique de l'impact d'écailles. L'utilisation de ces projectiles de grande dimension permettra d'éviter la pénétration puis le confinement de la matière chauffée.



# 1. MODELISATION DE L'IMPACT DES PARTICULES

## 1.1. Modèle de simulation numérique

### 1.1.1. Modélisation et maillage

Un modèle axisymétrique a été utilisé pour simuler l'impact d'une particule sur une surface plane. En effet, le faible et éventuel angle d'incidence, provoqué par la déviation du projectile par les mécanismes physiques du procédé tels que le choc courbé ou la traversée de la fente (cf. Chapitre 3, § 2.2.3.4.b), a été négligé. L'impact normal d'une particule a donc été considéré.

Un substrat de grande dimension, par rapport au diamètre de particule, a été choisi afin d'éviter toute perturbation de la zone d'impact par la réflexion d'une onde de choc sur l'un des bords libres du substrat. En effet, lors de l'impact, une onde de choc sphérique est générée près du fond de la particule puis se propage à travers le substrat. Ainsi, pour tout diamètre de particule compris entre 10 et 200  $\mu\text{m}$ , une largeur de substrat de 5mm pour une épaisseur de 3mm a été sélectionnée.

La loi de comportement Johnson-Cook a été utilisée (cf. Chapitre 2, § 4.2.1). Elle prend en compte la vitesse de déformation, la déformation elle-même et rend cette dernière sensible à la température du matériau. Les paramètres utilisés pour les matériaux de cette étude sont extraits de la bibliographie (cf. Annexe 1). Les mesures de nanoindentation effectuées sur les particules de poudre et les substrats ont néanmoins permis d'adapter la valeur du module d'Young (cf. Chapitre 2, § 3.1.4 et Chapitre 3, § 1.3).

Bien que localisée, la diffusion de chaleur dans les matériaux a été autorisée. En effet, avec une diffusivité de l'ordre de  $10^{-4} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (définie par  $\lambda / \rho \cdot C_p$ ), la zone affectée par ce phénomène définie par la relation  $\delta_{\text{diff-th}} = \sqrt{D_{\text{th}} t_{\text{impact}}}$  (Eq. IV.1) est de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$  pendant une durée d'impact d'une centaine de nanosecondes. En revanche, toute conduction entre les deux systèmes composés par la particule et le substrat a été négligée.

La diffusion de matière à travers l'interface n'a pas été modélisée bien qu'elle ne soit pas nécessairement négligeable. Sous conditions extrêmement dynamiques, les phénomènes physico-chimiques qui se produisent sont, en effet, difficiles à prédire. La valeur des coefficients de diffusion à l'état solide est, par exemple, fortement affectée par la pression de contact. La diffusion devient alors forcée.

Le maillage quadratique, utilisé pour modéliser les matériaux, a été choisi de manière à ce que la taille des éléments soit inférieure à 200nm. Ce maillage et le pas de temps de calcul, de l'ordre de 50 picosecondes, se sont ainsi révélés suffisamment raffinés pour que leur rapport reste inférieur à la célérité des ondes de choc dans les matériaux :  $C_{\text{choc}} \cdot \Delta t_{\text{calcul}} \geq L_{\text{maille}}$  (Eq. IV.2). La stabilité des calculs explicites a ainsi été assurée. L'utilisation du remaillage en cours de calcul a permis d'éviter la distorsion excessive de certains éléments qui mettent prématurément fin au calcul, d'une part, et de conserver des volumes de mailles acceptables durant l'impact, d'autre part. En effet, la déformation extrême des éléments trop petits rigidifie le système et la déformation finale peut ainsi ne plus être représentative de celle observée expérimentalement.

### 1.1.2. Conditions initiales

Conformément aux résultats explicités au Chapitre 3, les éléments de la particule et du substrat ont été pris correspondants à une température initiale de 40°C. En effet, quelles que soient les conditions de projection, la température des matériaux ne doit pas excéder cette valeur. L'élévation locale de température engendrée par l'impact est alors la conséquence de la restitution sous forme de chaleur de l'énergie de déformation plastique et du frottement local survenant le long de l'interface.

La vitesse normale affectée à la particule variait entre 200 et 500 m.s<sup>-1</sup>. Cet intervalle est, en effet, représentatif de la vitesse d'impact des particules projetées par cold spray mesurée expérimentalement (cf. Chapitre 3, § 2.2.3). Initialement nulle, sa vitesse tangentielle locale évolue tout au long de l'impact, favorisant ainsi le frottement des deux surfaces en contact. Initialement au repos, la mise en vitesse de la zone d'impact du substrat a été autorisée.

### 1.1.3. Conditions limites

Le caractère dynamique de l'impact de particule rend les systèmes particule – substrat adiabatiques. De plus, la présence d'une couche d'oxyde sur les surfaces en contact réduit les échanges thermiques. Aussi, la diffusion de chaleur à travers l'interface entre la particule et le substrat n'a pas été prise en compte.

Expérimentalement, lors de l'impact de la particule, le jet d'azote est toujours en contact avec les matériaux. Malgré une convection largement forcée, les échanges entre les surfaces libres des matériaux et leur milieu environnant sont minimales durant l'impact, d'une centaine de nanosecondes. La diffusion avec le milieu extérieur a donc également été négligée.

Afin de retranscrire avec justesse les expériences, les surfaces inférieure et latérale du substrat ont été maintenues fixes durant la simulation.

Durant l'impact, les nœuds et éléments des surfaces mises en contact ont été autorisés à se déplacer les uns par rapport aux autres, après contact. Ainsi, la morphologie des matériaux a pu évoluer librement jusqu'au rebond de la particule et la friction être modélisée, avec un coefficient de frottement égal à 0,67. L'énergie dégagée par le phénomène de friction a été équitablement répartie entre les deux surfaces en contact. Ainsi, la particule et le substrat ont été échauffés par ce phénomène.

## 1.2. Influence de la vitesse d'impact

La modification de la vitesse des particules entraîne une variation de son énergie cinétique. Ainsi, à diamètre donné, les paramètres locaux à l'interface doivent voir leur intensité évoluer. Des simulations numériques d'impact sur un substrat d'aluminium de particules de cuivre sphériques de 20 µm de diamètre ont donc été menées. Les évolutions de la morphologie finale des matériaux, de la température locale proche de l'interface, ainsi que de la pression de contact ont été analysées en fonction de la vitesse d'impact des particules, comprise entre 200 et 500 m.s<sup>-1</sup>. Cette gamme de vitesse est, en effet, représentative de la vitesse des particules projetées par cold spray puisqu'elle correspond à celle mesurée expérimentalement à l'aide de la caméra rapide (cf. Chapitre 3, 2.2.3).

### 1.2.1. Evolution de la morphologie finale particule – substrat

La morphologie après impact calculée numériquement de la particule et du substrat a été visualisée et comparée pour différentes vitesses d'impact, par paliers de 50 m.s<sup>-1</sup> (Figure 1).

Cette déformation finale a été considérée atteinte juste avant que la particule n'ait rebondi, à l'instant où la vitesse de la particule s'annule. D'autre part, la durée d'interaction entre le substrat et la particule avant l'éventuel rebond de cette dernière a été déterminée (Figure IV-1). Celle-ci a été définie comme la durée entre l'instant où le fond de la particule entre en contact avec le substrat et celui où l'interface s'ouvre complètement. Elle augmente avec la vitesse d'impact.

En dessous de  $300\text{m.s}^{-1}$ , la particule ne pénètre pas suffisamment profondément pour être retenue mécaniquement par recouvrement de ses bords par le substrat. Expérimentalement, si une particule adhère dans ces conditions, i.e. si elle résiste à l'essai de traction que représente son rebond à  $25\text{m.s}^{-1}$ , les interactions physico-chimiques en sont majoritairement responsables. Ces dernières doivent par conséquent impérativement survenir pendant la durée d'impact.

Au-delà de  $300\text{m.s}^{-1}$ , l'enclassement par le substrat retient mécaniquement la particule, en empêchant ainsi le rebond complet puis son départ mais autorisant toutefois sa décohésion le long de l'interface. Dans ce cas également, les phénomènes physico-chimiques doivent nécessairement se produire et générer une adhérence pendant la durée d'impact.

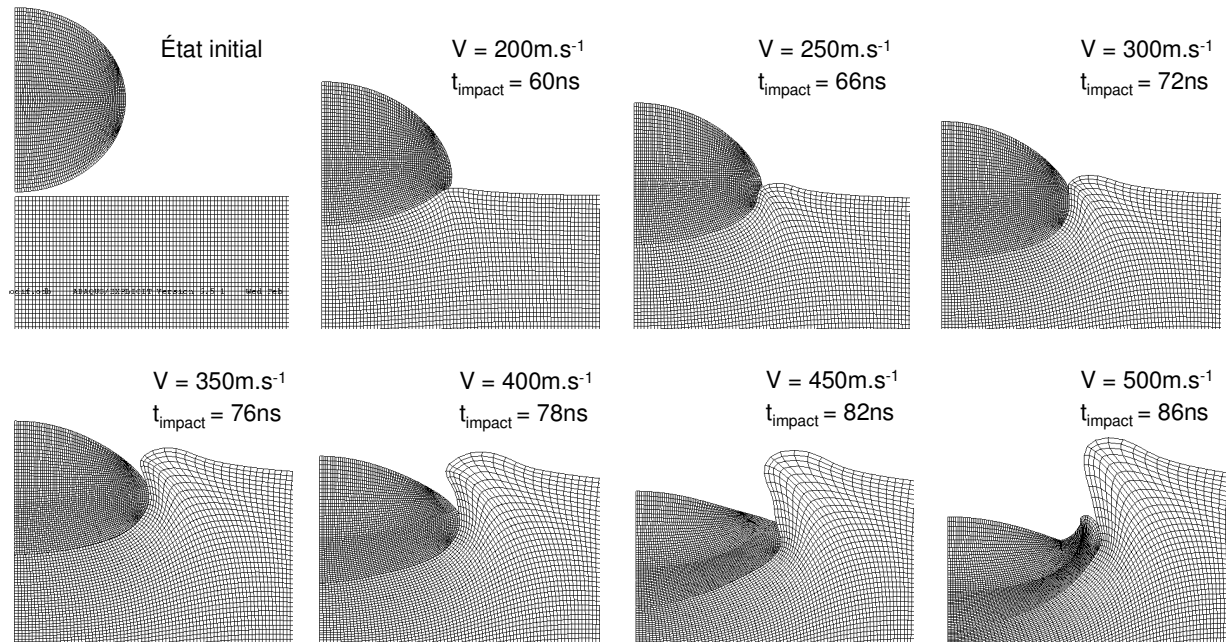


Figure IV-1 : Evolution de la morphologie finale de la particule et du substrat en fonction de la vitesse d'impact

Ces morphologies calculées numériquement ont également été comparées à celles observées expérimentalement par microscopie. Leur confrontation pour ce qui est des profondeurs de pénétration a ainsi permis de déterminer la vitesse d'impact réelle des particules projetées par cold spray (cf. Chapitre 3, § 2.2.4). Celle de la déformation finale des matériaux a permis de valider les paramètres utilisés dans la loi de comportement lors des simulations numériques.

### 1.2.2. Evolution de la température à l'interface

Afin de comprendre les évolutions spatiales et temporelles de la température le long de l'interface entre la particule et le substrat, la simulation numérique d'une particule de  $20\mu\text{m}$  de diamètre projetée à  $400\text{m.s}^{-1}$  a été menée. L'évolution temporelle de ce paramètre a été calculée en différents points de l'interface repérés de N\_1 à N\_7 du bord vers le fond de la particule. Les valeurs ont ensuite été reportées dans des graphiques afin d'être comparées et

analysées (Figure IV-2). Quatre zones présentant différents comportements ont ainsi été mises en évidence.

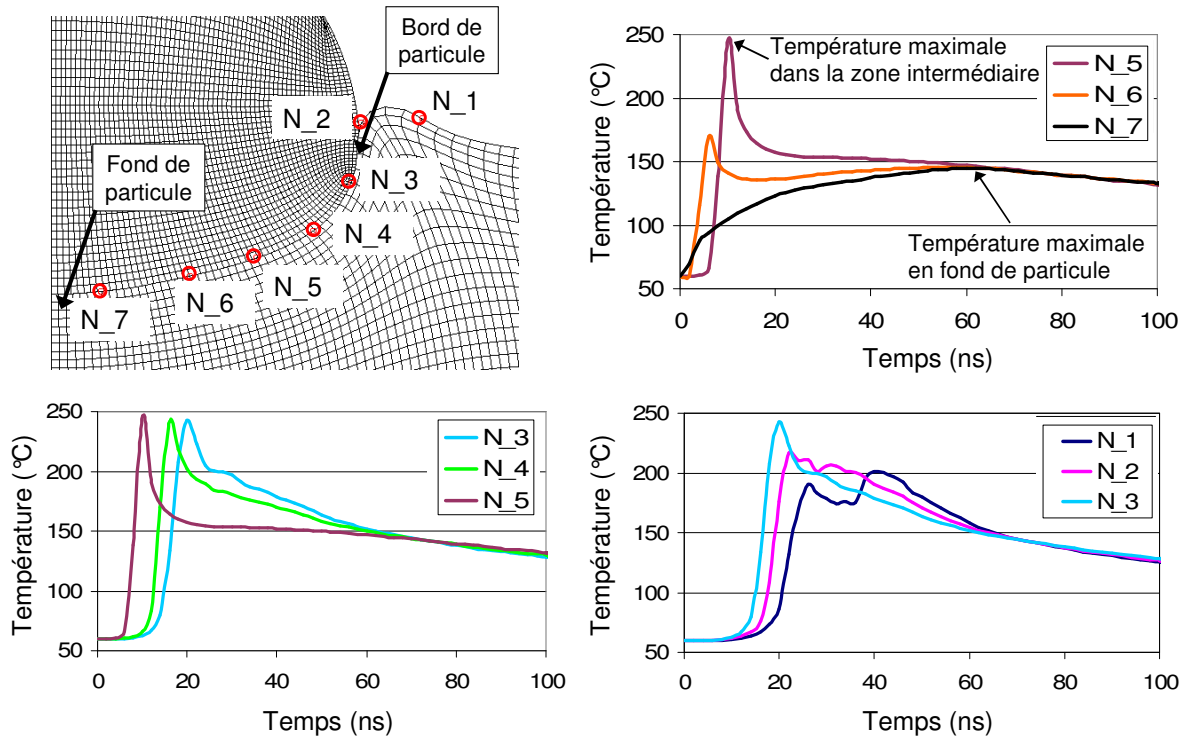


Figure IV-2 : Evolution temporelle de la température locale le long de l'interface particule/substrat

Au fond de la particule (autour du point N\_7) la température augmente lentement jusqu'à sa valeur maximale de 150°C, en 60ns. Provoquée par la restitution d'une partie de l'énergie de déformation plastique sous forme de chaleur, cette élévation se produit jusqu'à l'arrêt de la particule. Au-delà de cet instant, dans cette zone où la température s'est révélée spatialement homogène, la diffusion thermique dissipe peu à peu la chaleur.

En s'écartant du fond de la particule, un pic dans les profils temporels ainsi qu'un fort gradient de température apparaissent (de N\_7 à N\_5). En effet, lors de l'impact, cette zone voit sa vitesse tangentielle augmenter par la propagation d'une onde de choc latérale provenant du fond de la particule. La vitesse d'impact, combinaison des composantes normales et tangentielles, provoque ainsi l'élévation de température par intensification de la dissipation par déformation plastique. D'autre part, des phénomènes d'échauffement par friction surviennent lors de l'impact puisque la vitesse tangentielle diffère entre les points de la particule du substrat en regard. Par conséquent, si des phénomènes responsables de l'adhérence apparaissent dans cette zone, ils doivent également présenter une évolution par rapport à ceux générés en fond de particule.

Sur la zone intermédiaire qui s'étend jusqu'au bord de la particule (de N\_5 à N\_3), la température maximale atteinte s'est révélée homogène et son taux d'accroissement supérieur à 20 milliards de degrés par seconde. Fortement hors d'équilibre, les phénomènes physico-chimiques qui peuvent survenir dans cette zone doivent donc présenter une certaine homogénéité.

Au bord de la particule, proche de l'interface entre la particule, l'air et le substrat (de N\_3 à N\_1), l'évolution de la température s'est révélée différente. En remontant sur les bords, son intensité diminue et un double pic apparaît au cours du temps. Le premier doit être provoqué par la forte compression des premiers instants de l'impact et le second par la forte traction provoquée par l'enfoncement de la particule dans le substrat. A condition que les matériaux

restent en contact suffisamment longtemps et que la pression de contact reste suffisamment élevée, les phénomènes responsables de l'adhérence doivent apparaître comparables à ceux situés dans la zone intermédiaire.

Les évolutions temporelles et spatiales se sont révélées similaires pour les différentes vitesses d'impact. L'intensité a néanmoins évolué. Les températures maximales atteintes dans la zone intermédiaire et en fond de particule ont donc été reportées dans un graphique en fonction de la vitesse d'impact (Figure IV-3). L'influence de ce paramètre sur l'évolution de la température à l'interface a ainsi pu être visualisée.

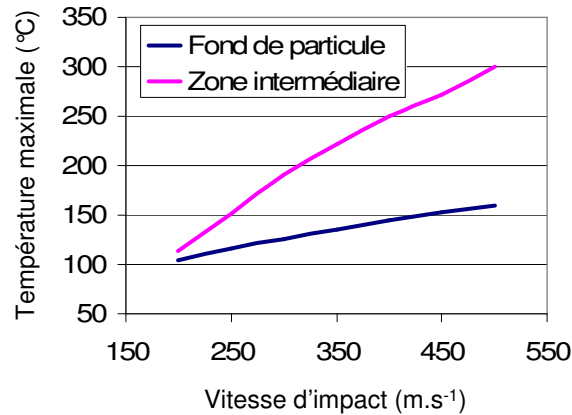


Figure IV-3 : Evolution de la température maximale atteinte dans la zone intermédiaire et au fond de la particule, en fonction de la vitesse d'impact

La température locale, le long de l'interface, augmente avec la vitesse d'impact. Ces évolutions indiquent que les échanges physico-chimiques responsables de l'adhérence entre la particule et le substrat sont favorisés par l'élévation de cette vitesse, bien que les températures atteintes restent bien inférieures à la température de fusion des matériaux.

Ces températures maximales calculées peuvent toutefois s'avérer sous-estimées. En effet, le comportement hyperplastique ainsi que la rupture des liaisons intra-granulaires des matériaux au-delà d'une certaine vitesse de déformation et, par conséquent, de vitesse d'impact, n'a pas été pris en compte. Par déformation et frottement des grains, cette évolution de température peut alors subir un saut ou un brusque changement de pente au-delà d'une vitesse critique. Cela peut permettre le dépassement de la température de fusion de l'aluminium. Les phénomènes physiques responsables de l'adhérence doivent alors présenter des différences marquées telles que la présence d'eutectique ou de phase fondue rapidement solidifiée.

### 1.2.3. Evolution de la pression de contact

Afin de comprendre l'évolution temporelle de la pression de contact entre la particule et le substrat le long de l'interface, la simulation numérique d'une particule de 20 $\mu$ m s'écrasant à 400m.s<sup>-1</sup> a été menée. L'évolution temporelle de ce paramètre a été calculée en différents points de l'interface repérés de N\_1 à N\_5 du bord vers le fond de la particule. Les valeurs ont ensuite été reportées dans des graphiques afin d'être comparées et analysées (Figure IV-4).

Le temps d'interaction local entre la particule et le substrat, compris entre 55 et 75ns, a montré une dépendance à la zone considérée. La définition explicitée au paragraphe 1.2.1 correspond donc au temps d'interaction proche du fond de la particule.

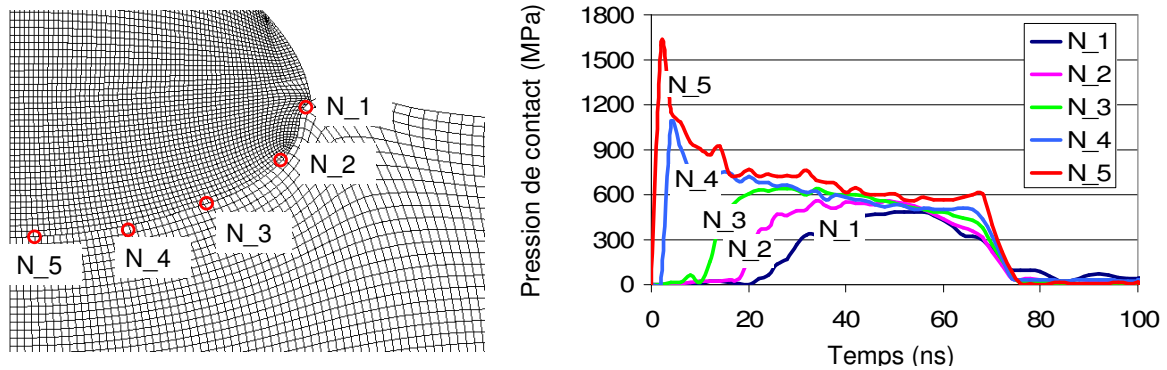


Figure IV-4 : Evolution temporelle de la pression de contact le long de l'interface particule/substrat

Proche du bord de la particule (N\_1), l'impact est survenu le plus tardivement et la pression de contact s'est révélée la plus faible (inférieure à 450MPa) et a rapidement été atténuée. Malgré une température similaire à celle de la zone intermédiaire (cf. § 1.2.2), les interactions qui peuvent survenir dans cette zone doivent donc être défavorisées ou moins développées.

En se rapprochant du fond de la particule (de N\_2 à N\_4), la pression de contact a montré une évolution temporelle similaire. Par paliers de plus en plus intenses, le maintien de cette sollicitation a augmenté. Dans cette zone où la température s'est révélée homogène (cf. § 1.2.2), les phénomènes physico-chimiques doivent être amorcés et se développent préférentiellement là où la pression de contact est la plus élevée.

Au fond de la particule (N\_5), la durée de sollicitation s'est révélée maximale et un pic de surpression est apparu lors des premiers instants du choc. Ce dernier est la conséquence d'un différentiel maximal de vitesse normale entre la particule et le substrat. En effet, dans cette zone, le substrat est localement au repos au moment de l'impact. En revanche, lors de l'impact de la zone intermédiaire, le substrat a déjà été mis en mouvement dans la zone correspondante par la propagation du choc sphérique provoqué par l'impact du fond de la particule. Malgré une température bien inférieure, ce fond de particule pourrait ainsi être le berceau d'interactions physico-chimiques.

Les évolutions temporelles et spatiales se sont révélées similaires pour les différentes vitesses d'impact. L'intensité a néanmoins évolué. Les pressions maximales atteintes près du bord (N\_2) et en fond de particule (N\_5) ont donc été reportées dans un graphique en fonction de la vitesse d'impact (Figure IV-5). L'influence de ce paramètre sur l'évolution de la pression de contact a ainsi pu être visualisée.

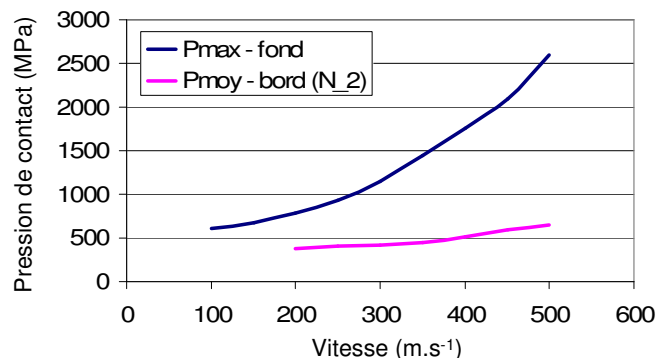


Figure IV-5 : Evolution de la pression maximale atteinte au fond et de la pression moyenne atteinte au bord de la particule, en fonction de la vitesse d'impact

En tout point de l'interface, la pression de contact a augmenté avec la vitesse d'impact. Cette évolution ne s'est toutefois pas révélée homogène. Le gain en fond de particule a en effet été bien plus marqué que sur les bords. Comme précédemment, cela est dû au différentiel maximal de vitesse normale entre la particule et le substrat. Cette évolution de la pression de contact tout le long de l'interface favorise les interactions métallurgiques entre le cuivre et l'aluminium. Pour les hautes vitesses d'impact, les différentes zones de l'interface doivent présenter des phénomènes physico-chimiques bien plus développés.

#### 1.2.4. Conclusion

A diamètre de particule donné, il existe une vitesse d'impact critique en dessous de laquelle la particule n'est pas maintenue mécaniquement, par recouvrement des bords par le substrat. Les expériences ont toutefois montré que ces particules pouvaient adhérer (cf. Chapitre 3, Figure III-16). Lors de l'impact, des interactions métallurgiques doivent donc survenir à l'interface. De plus, au-delà de cette vitesse critique de recouvrement, le calcul de la déformation finale indique la possibilité d'une décohésion le long de l'interface après l'arrêt de la particule. La majorité des interactions doivent donc se produire pendant la durée d'impact.

A vitesse d'impact donnée, l'évolution du niveau de pression de contact et de température diffèrent en fonction des zones considérées. Des observations à l'échelle submicronique sont, par conséquent, à prévoir proche du fond de la particule, dans la zone intermédiaire puis sur le bord, proche de l'interface entre la particule, l'air et le substrat. Si des phénomènes physico-chimiques apparaissent le long de l'interface, ils doivent certainement présenter des différences en fonction de ces zones.

L'évolution de la vitesse d'impact induit la modification des grandeurs locales proche de l'interface. Son élévation engendre l'augmentation de la température maximale et de la pression de contact atteinte dans la zone intermédiaire et en fond de particule. Ainsi, les échanges métallurgiques et l'apparition de phénomènes physico-chimique doivent être favorisés.

Enfin, pour un diamètre donné, la comparaison de la profondeur de pénétration calculée numériquement à celle observée expérimentalement, a permis la détermination de la vitesse d'impact réelle des particules.

### 1.3. Influence du diamètre de particule

La modification du diamètre des particules entraîne une variation de son énergie cinétique. Ainsi, à vitesse donnée, les paramètres locaux à l'interface doivent voir leur intensité évoluer. Des simulations numériques d'impact sur un substrat d'aluminium de particules de cuivre sphériques projetées à  $370\text{m.s}^{-1}$  ont donc été menées. Les évolutions de la morphologie finale des matériaux, de la température locale proche de l'interface, ainsi que de la pression de contact ont été analysées en fonction du diamètre des particules, compris entre 10 et  $200\mu\text{m}$ . Cette gamme de taille de particules correspond, en effet, à celle projetable par procédé cold spray.

### 1.3.1. Evolution de la morphologie finale

La morphologie après impact calculée numériquement de la particule et du substrat a été visualisée et comparée pour différents diamètres de particule (Figure 6) : 10, 20, 60, 100 et 200  $\mu\text{m}$ . Ces déformations ont été capturées juste avant le rebond de la particule. La grandeur nommée  $t_{\text{impact}}$  correspondant à la durée d'impact, définie précédemment (cf. § 1.2.1), a été indiquée (Figure IV-6).

A vitesse d'impact identique, les particules de différents diamètres présentent une évolution de la profondeur de pénétration. En effet, plus la particule est large, plus l'énergie cinétique est élevée et plus la particule pénètre profondément dans le substrat avant de s'arrêter. Pour la même raison, la durée de l'impact évolue de manière similaire.

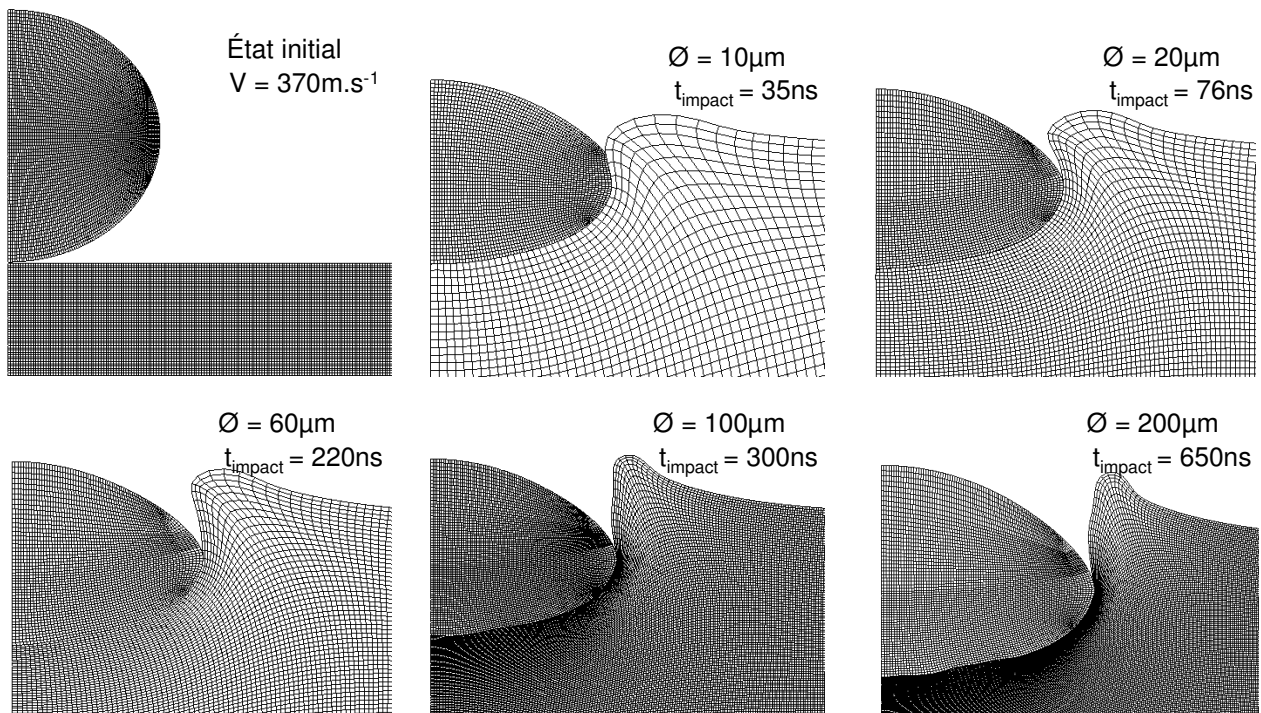


Figure IV-6 : Evolution de la morphologie finale du substrat et de la particule en fonction du diamètre de cette dernière

La comparaison de ces morphologies à celles observées expérimentalement a également été réalisée. La confrontation des profondeurs de pénétration a ainsi permis de déterminer la vitesse d'impact réelle des particules projetées par cold spray en fonction du diamètre des particules. Celle de la déformation finale des matériaux a validé les simulations numériques (cf. Chapitre 3, § 2.2.4, Figure III-27 et 28).

### 1.3.2. Evolution de la température à l'interface

Pour les différents diamètres de particule, les évolutions temporelles de la température le long de l'interface se sont révélées similaires à celles présentées au paragraphe 1.2.2. Les niveaux de température maximale atteints dans la zone intermédiaire et au fond de la particule ont toutefois présenté des différences et ont par conséquent été reportés dans un graphique en fonction du diamètre de particule (Figure IV-7). Ainsi, l'influence du diamètre sur l'évolution de la température à l'interface a pu être visualisé.



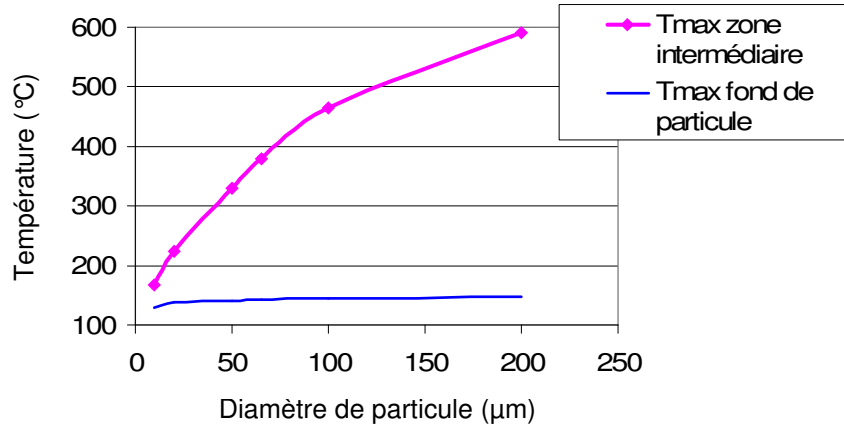


Figure IV-7 : Evolution de la température maximale atteinte dans la zone intermédiaire et au fond de la particule, en fonction du diamètre de cette dernière

L'augmentation du diamètre fait croître la température maximale dans la zone intermédiaire qui s'étend du fond vers le bord mais n'influence que très peu celle du fond de la particule. Dans cette dernière zone, les températures atteintes restent bien inférieures à la température de fusion des matériaux.

L'évolution dans la zone intermédiaire indique que les échanges physico-chimiques entre la particule et le substrat sont favorisés par l'augmentation du diamètre. A vitesse donnée, les phénomènes survenant le long de l'interface doivent ainsi apparaître de manière plus développée et plus homogène. De plus, pour un niveau de température donné, i.e. pour l'apparition d'un phénomène physico-chimique donné, l'augmentation du diamètre doit permettre la diminution de la vitesse d'impact correspondante. Cette hypothèse doit néanmoins être pondérée par le fait que la diminution de la pression de contact provoquée par diminution de la vitesse d'impact doit être compensée par une élévation de température induite par l'augmentation du diamètre.

Le caractère constant de la température en fond de particule indique, que quel que soit le diamètre, à vitesse d'impact donnée, le développement des phénomènes physico-chimiques dans cette zone est comparable. Les espèces diffusent par exemple sur des épaisseurs similaires si les pressions de contact étaient du même ordre de grandeur.

Comme précédemment (cf. § 1.2.2), les températures maximales calculées peuvent être sous-estimées. En effet, le comportement hyperplastique des matériaux au-delà d'une certaine vitesse de déformation et, par conséquent, de vitesse d'impact, n'a pas été pris en compte.

### 1.3.3. Evolution de la pression de contact

Pour les différents diamètres de particule, l'évolution temporelle de la pression de contact a été comparée en différents points de l'interface. Des homothéties ont été réalisées afin de considérer les zones précédemment explicitées (cf. § 1.2.3). Elles ont ainsi été situées à une même distance normalisée par rapport à l'axe. L'augmentation de la taille de la particule provoque le maintien de la sollicitation pendant une durée supérieure. L'intensité de cette sollicitation n'est, quant à elle, que très peu influencée.

Par conséquent, l'unique prise en considération de la pression de contact laisse présager que l'augmentation du diamètre de particule ne doit pas favoriser les phénomènes physico-chimiques. En fond de particule, la température n'évolue que très peu. Ainsi, quel que soit le

diamètre de la particule considérée, l'interdiffusion qui pourrait être détectée dans cette zone devrait s'opérer sur des épaisseurs similaires. En revanche, le long de la zone intermédiaire, la température augmente avec le diamètre. La seule prise en compte de l'évolution de la pression de contact n'est alors plus suffisante.

### 1.3.4. Conclusion

A vitesse d'impact donnée, les particules plus larges pénètrent plus profondément dans le substrat. Il existe donc un diamètre critique pour lequel la particule est maintenue mécaniquement par recouvrement de ses bords par le substrat.

Par élévation de l'énergie cinétique, le temps d'interaction entre le substrat et la particule augmente avec le diamètre de cette dernière. L'adhérence se voit donc favorisée par l'augmentation de ce paramètre puisque les phénomènes physico-chimiques survenant à température et à pression données peuvent se développer de manière plus complète.

Si la pression de contact reste peu influencée, la température locale augmente avec la taille des particules. A vitesse donnée, une amélioration des interactions devrait donc être détectée. L'évolution de ce paramètre doit, de plus, permettre la réduction de la vitesse critique pour l'apparition d'un phénomène physico-chimique donné, à condition que la baisse de pression soit compensée par une élévation suffisante de la température.

## 1.4. Influence de la nature du substrat

Le changement de la nature de l'un des matériaux entraîne une variation de la déformation de la particule et du substrat. En fonction de sa dureté et de sa capacité à se déformer élastiquement et plastiquement, l'impact génère également sur ces matériaux une intensité de pression de contact et de température locale différente. Des simulations numériques d'impact sur un substrat d'aluminium 2017, de particules de cuivre sphériques de  $20\mu\text{m}$  de diamètre, ont donc été menées. Les évolutions de la morphologie finale des matériaux, de la température locale proche de l'interface, ainsi que de la pression de contact ont été analysées pour une vitesse d'impact de  $400\text{m.s}^{-1}$ . Ainsi, ces paramètres ont pu être comparés à ceux obtenus lors de l'impact d'une particule de cuivre sur de l'aluminium pur (cf. § 1.2).

### 1.4.1. Evolution de la morphologie finale

La morphologie après impact calculée numériquement de la particule de cuivre et du substrat d'aluminium 2017 a été visualisée et comparée à celle obtenue avec de l'aluminium pur dans les mêmes conditions, à  $400\text{m.s}^{-1}$  (Figure IV-8). Ces déformations ont été capturées juste avant le rebond de la particule. La grandeur nommée correspondant à la durée d'impact,  $t_{\text{impact}}$ , définie précédemment (cf. § 1.2.1), a été indiquée.

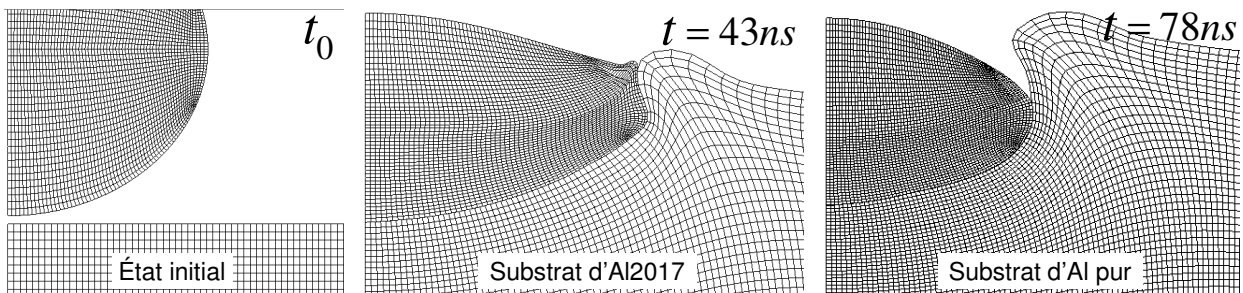


Figure IV-8 : Evolution de la morphologie finale de la particule et du substrat en fonction de la nature de ce dernier

A vitesse d'impact et diamètre identiques, les particules de cuivre s'écrasant sur des substrats de différentes natures présentent une évolution de la profondeur de pénétration, de la morphologie et de la durée d'impact. En effet, plus le substrat est dur, moins la particule s'enfonce. Cela implique que le temps d'interaction est diminué et que la particule se déforme plus intensément. Par rapport à l'aluminium pur, cette différence de comportement des matériaux face à la déformation provoque l'évolution des grandeurs locales de pression de contact et de température le long de l'interface.

#### 1.4.2. Evolution de la température à l'interface

Afin de comprendre les évolutions spatiales et temporelles de la température le long de l'interface entre la particule et le substrat d'aluminium 2017, la simulation numérique d'une particule de  $20\mu\text{m}$  de diamètre projetée à  $400\text{m.s}^{-1}$  a été analysée. L'évolution temporelle de ce paramètre a été calculée en différents points de l'interface repérés de N\_1 à N\_7 du bord vers le fond de la particule. Les valeurs ont ensuite été reportées dans des graphiques afin d'être comparées à celle obtenues avec un substrat d'aluminium pur (Figure IV-9). Les évolutions spatiales et temporelles de température se sont révélées similaires à celles obtenues avec le substrat de nature différente (cf. § 1.2.2) : quatre zones présentant différents comportements ont été mises en évidence. En revanche, les amplitudes ont augmenté.

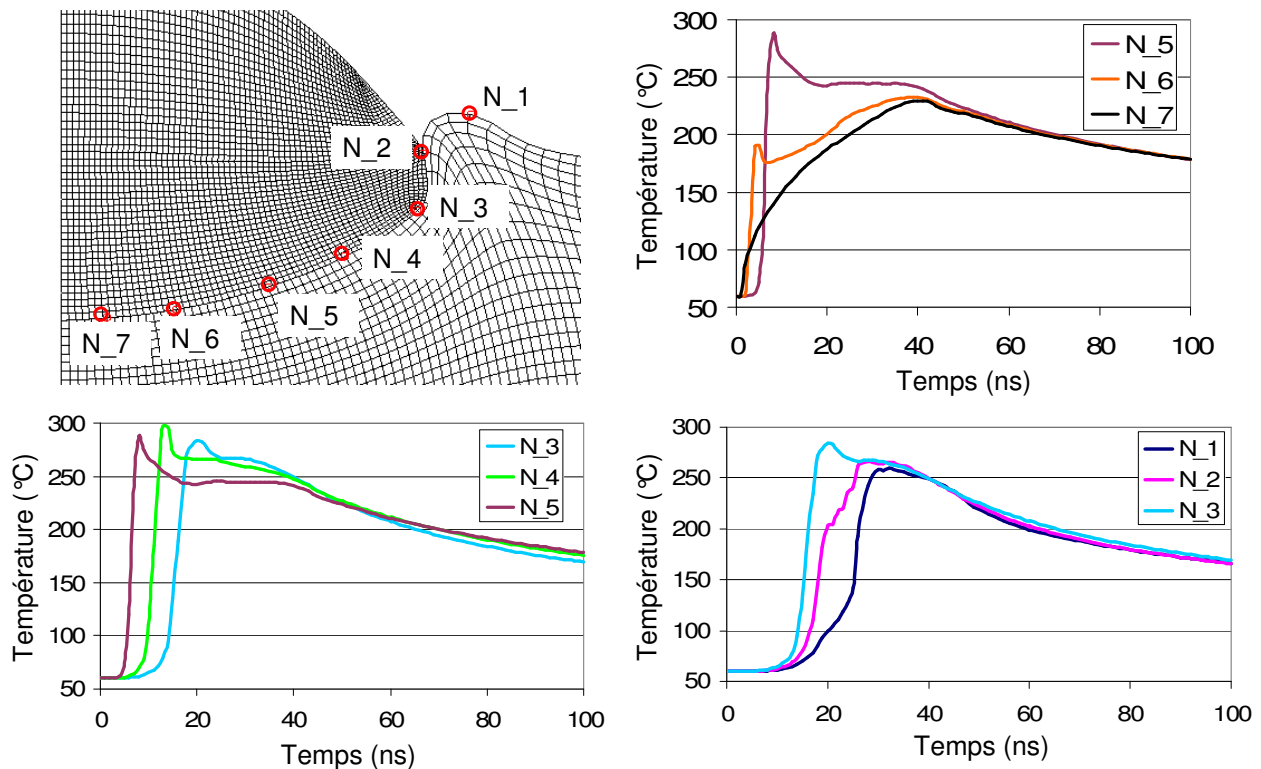


Figure IV-9 : Evolution temporelle de la température locale le long de l'interface particule/substrat

Au fond de la particule, autour du point N\_7, la lente élévation de température a, ici, permis d'atteindre  $225^{\circ}\text{C}$  en  $43\text{ns}$ . Le fort gradient, toujours présent le long de l'interface entre le fond et la zone intermédiaire (de N\_7 à N\_5), conduit à des températures maximales d'environ  $300^{\circ}\text{C}$ . Dans cette zone, les températures restent homogènes (de N\_5 à N\_3) avant de décroître sensiblement en remontant vers le bord de la particule (de N\_3 à N\_1).

Lors de l'impact sur le substrat d'Al2017, l'élévation de température plus importante qu'avec un substrat d'Al pur de la température, pendant une durée réduite, est révélatrice de la différence de comportement sous contrainte des matériaux. En effet, l'échauffement est principalement provoqué par la restitution sous forme de chaleur de l'énergie de déformation plastique. Les modules d'élasticité et d'écrouissage des matériaux étant éloignés, plus importants pour l'Al2017 (cf. Annexe 1), l'énergie emmagasinée lors d'un choc à vitesse donnée devient alors supérieure et la température augmente plus.

### 1.4.3. Evolution de la pression de contact

Afin de comprendre l'évolution temporelle de la pression de contact entre la particule et le substrat le long de l'interface, la simulation numérique d'une particule de  $20\mu\text{m}$  projetée à  $400\text{m.s}^{-1}$  a été analysée. L'évolution temporelle de ce paramètre a été calculée en différents points de l'interface repérés de N\_1 à N\_5 du bord vers le fond de la particule. Les valeurs ont ensuite été reportées dans des graphiques afin d'être comparées à celles obtenues avec un substrat d'aluminium pur (Figure IV-10). Si les évolutions spatiales et temporelles de pression de contact se sont révélées similaires à celle obtenues avec le substrat de nature différente (cf. § 1.2.3), les amplitudes ont en revanche augmenté.

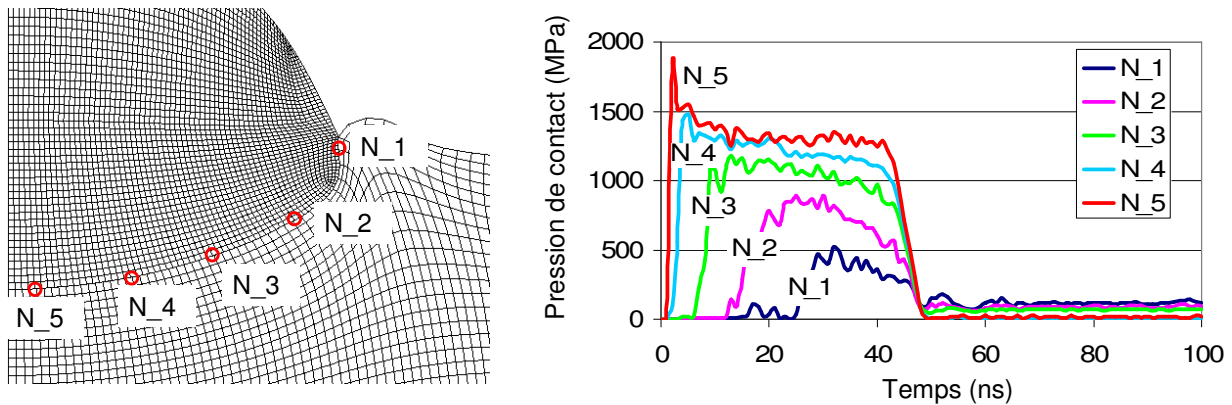


Figure IV-10 : Evolution temporelle de la pression de contact le long de l'interface particule/substrat

En fonction des zones considérées, la durée d'interaction locale varie de 25 à 43ns. Elle se révèle ainsi pratiquement deux fois plus courte que dans le cas du substrat d'aluminium pur. Pour une vitesse d'impact similaire, la pression moyenne en fond de particule (autour de N\_5) évolue de 750 à 1300MPa et le pic de pression de 1600 à 1900MPa. Près du bord de la particule (autour de N\_1), la pression reste constante au voisinage de 450MPa.

Excepté en bord de particule, la pression de contact a donc augmenté lors du passage de l'aluminium pur à son alliage 2017. Ce dernier étant plus dur, la déformation engendrée à vitesse d'impact donnée a été réduite, provoquant ainsi l'élévation de la pression de contact.

### 1.4.4. Conclusion

Le remplacement de l'aluminium pur par un substrat en alliage d'aluminium 2017 permet, à diamètre de particule et vitesse d'impact donnés, d'augmenter certaines grandeurs locales le long de l'interface. Avec une température et une pression de contact plus élevées, les phénomènes physico-chimiques survenant à l'interface lors de l'impact doivent être plus développés.

Si l'origine et la nature de ces interactions sont similaires à celles qui surviennent pendant l'impact d'une particule de cuivre sur un substrat d'aluminium pur, l'étude de l'influence de la température de préchauffage pourra être menée en projetant du cuivre sur un alliage 2017. Ainsi, l'utilisation d'écailles de cuivre entrant en collision avec des substrats d'aluminium 2017 facilite cette analyse puisque la température peut être sélectionnée avec précision et que le confinement du projectile est réduit à son strict minimum. La connaissance de l'évolution des paramètres le long de l'interface mérite donc d'être acquise dans le cas de l'impact d'écailles.

## **2. MODELISATION DE L'IMPACT DES ECAILLES**

### **2.1. Modèle de simulation numérique**

Un modèle axisymétrique, similaire à celui décrit pour la simulation numérique d'impact de particule, a été utilisé pour décrire l'impact des écailles. La loi de comportement, les dimensions et le maillage ont respecté des règles similaires. Les conditions initiales de température ont été adaptées, fixées entre 20 et 400°C et les conditions d'adiabaticité (cf. § 1.1) conservées puisque les expériences de plaquage d'écailles sont réalisées sous vide.

### **2.2. Influence de la température de préchauffage**

Des simulations numériques d'impact, à  $400\text{m.s}^{-1}$  sur un substrat d'aluminium 2017, d'écailles de cuivre de 2mm de diamètre et de  $20\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été menées. Les évolutions de la morphologie finale des matériaux, de la température locale proche de l'interface, ainsi que de la pression de contact ont été analysées en fonction de la température avant impact des matériaux, comprise entre 20 et 400°C. Cette gamme de température de préchauffage correspond, en effet, à celle utilisée expérimentalement à l'aide du procédé de plaquage d'écaille par choc laser (cf. Chapitre 3, § 3.1).

#### **2.2.1. Evolution de la morphologie finale**

La morphologie après rebond, calculée numériquement, de l'écaille et du substrat a été visualisée et comparée pour trois températures de préchauffage : 20, 200 et 400°C (Figure IV-11). Pour les trois niveaux de température considérés, aucun ancrage mécanique par recouvrement de la matière n'a été détecté. L'adhérence des écailles au substrat est alors principalement provoquée par des interactions physico-chimiques à l'interface. Néanmoins, l'écaille semble pénétrer plus profondément dans la cible lorsque cette dernière présente une température élevée. L'augmentation du préchauffage rend, en effet, les matériaux plus déformables. La loi de comportement utilisée permet en effet de décrire ce comportement. L'aspect légèrement creusé en périphérie ne semble pas suffisant pour retenir mécaniquement le projectile mais devrait, en revanche, favoriser les interactions métallurgiques dans cette zone.

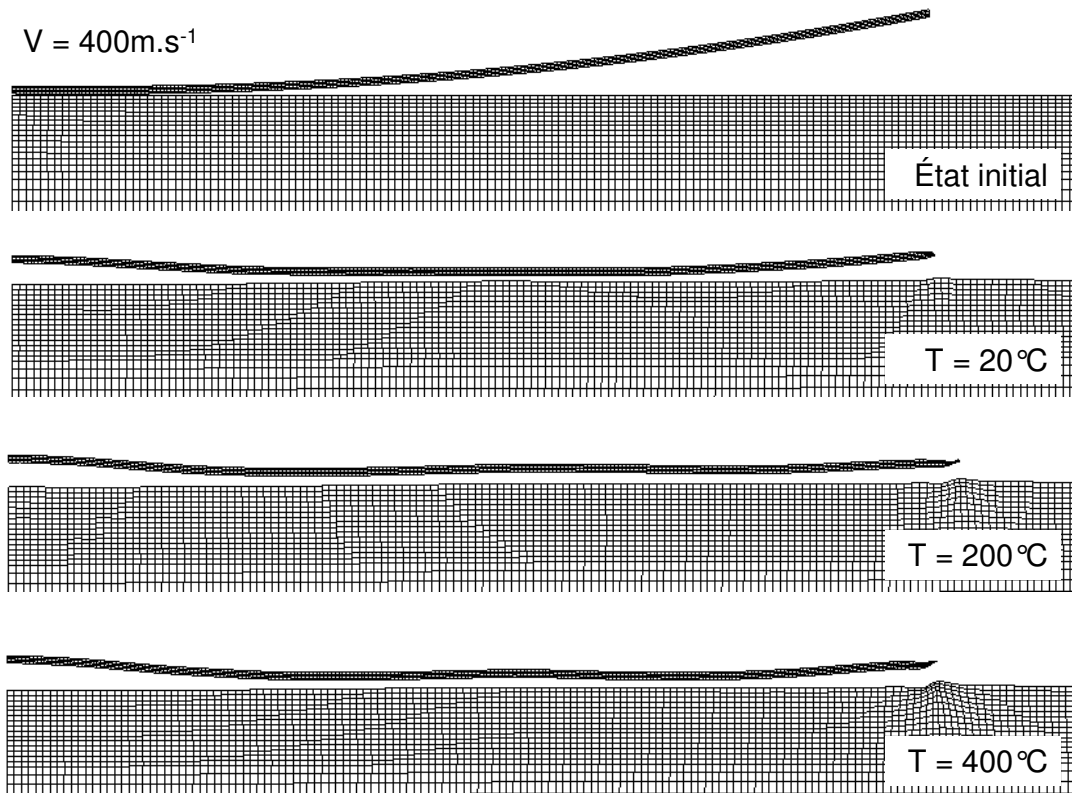


Figure IV-11 : Evolution de la morphologie finale de l'écaille et du substrat en fonction de la température de préchauffage

Pour les trois températures de préchauffage, la déformation finale des écailles présente des similitudes. La partie située proche de l'axe de symétrie, celle qui en est le plus éloignée ainsi que la zone intermédiaire montrent un aspect bombé qui résulte de phénomènes différents :

La géométrie de l'écaille modélisée, légèrement surélevée sur l'axe de symétrie, fait que le premier point de contact entre l'écaille et le substrat n'est pas situé sur l'axe, mais autour. Autour de l'axe, la matière acquiert donc une vitesse tangentielle, de sens opposé de part et d'autre de l'axe. Le croisement de ces ondes provoque alors la surélévation de la matière, sur l'axe de symétrie, tel un cloquage. Cette zone est ainsi la première à décoller.

Proche de la périphérie de l'écaille, loin du premier point de contact, la première zone à décoller n'est pas le bord de l'écaille. Toutefois, le bord libre présentant le plus de degrés de libertés acquiert lors du rebond une vitesse normale plus élevée.

Dans la zone intermédiaire, la forme de l'écaille est induite par une durée d'interaction plus courte. En effet, dans cette zone, le substrat est soumis à une mise en vitesse verticale, de sens opposé à celle de l'écaille, par la propagation du choc tangentiel provenant du centre de l'écaille. Cette zone est, par conséquent, plus rapidement arrêtée et la durée d'interaction écourtée.

### 2.2.2. Evolution de la température à l'interface

Afin de comprendre les évolutions spatiales de la température le long de l'interface pour les différents niveaux de préchauffage des matériaux, les températures maximales atteintes ont été reportées dans un graphique (Figure IV-12). Les acquisitions ont été réalisées en sept points repartis de manière homogène sur le rayon normalisé de l'écaille.



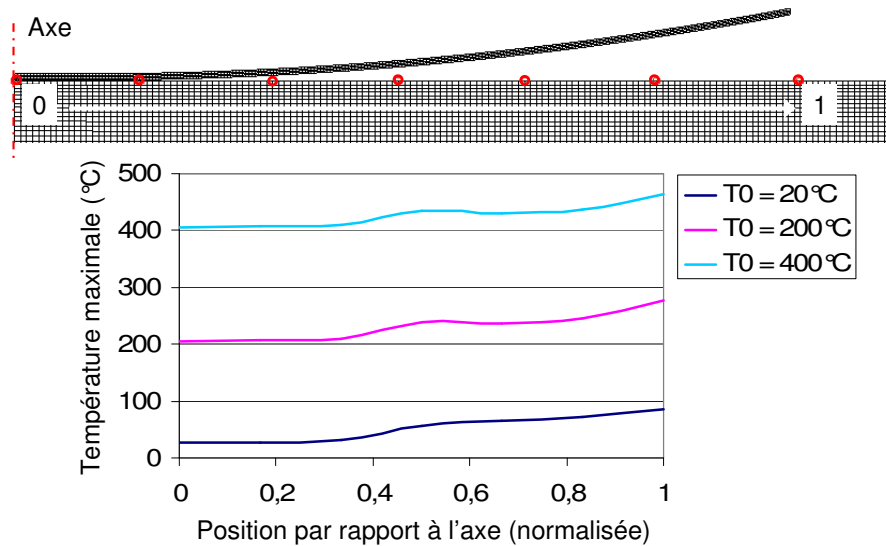


Figure IV-12 : Evolution de la température locale maximale atteinte le long de l'interface, en fonction de la température de préchauffage

La température s'est révélée homogène, sensiblement au dessus de la température de préchauffage, sur le premier tiers de l'écaille. L'impact quasiment plan dans cette zone réduit les effets de friction et, par conséquent, l'accroissement de ce paramètre. La restitution sous forme de chaleur de l'énergie de déformation plastique est donc la première cause de l'échauffement des matériaux.

Proche du milieu de l'écaille, un premier pic apparaît. C'est en effet dans cette zone que le différentiel de vitesses, normale et tangentielle, entre l'écaille et le substrat est maximal. La déformation est alors plus grande, le frottement plus marqué et la température locale plus élevée.

Au deux tiers de l'écaille, l'interface présente une température plus homogène. La diminution de ce différentiel provoque, en effet, la stabilisation de ce paramètre dans cette zone.

En périphérie d'écaille, une élévation de la température a été détectée. La déformation plus marquée, semblable à une zone de léger confinement au niveau du bord libre, en est, en effet, la cause.

Contrairement au cas des particules sphériques, l'impact non confiné n'a pas présenté d'élévation marquée de température. Une évolution similaire en fonction de la position par rapport au centre de l'écaille ainsi qu'une augmentation inférieure à la centaine de degrés ont été observées. Cela indique que les trois intensités de préchauffage sélectionnées représentent des paliers pour lesquels la température reste proche de celle à l'interface lors de l'impact. Par conséquent, l'analyse de l'effet de la température sur l'apparition des phénomènes physiques est possible. Ces derniers doivent en effet présenter des différences remarquables sur leur origine et leur développement.

### 2.2.3. Evolution de la pression de contact

Afin de comprendre les évolutions spatiales de la pression de contact le long de l'interface pour les différents niveaux de préchauffage des matériaux, les pressions maximales atteintes ont été reportées dans un graphique (Figure IV-13). Les acquisitions ont été réalisées en treize points repartis de manière homogène sur le rayon normalisé de l'écaille. Trois zones présentant différents comportements ont, ainsi, été mises en évidence.

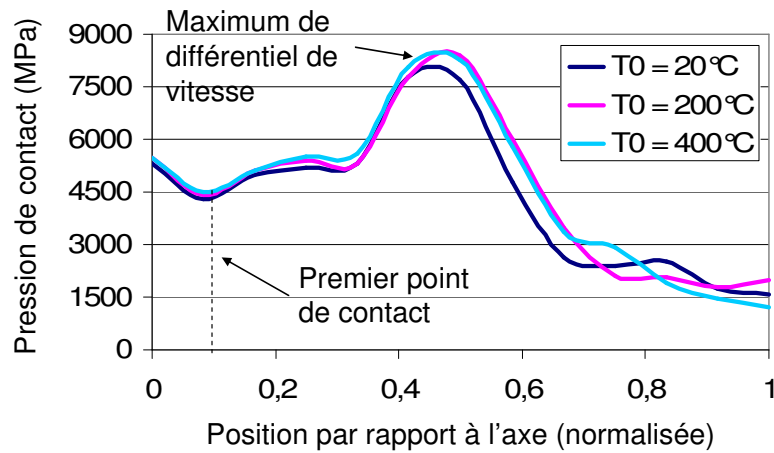


Figure IV-13 : Evolution de la pression de contact maximale atteinte le long de l'interface, en fonction de la température de préchauffage

Sur le premier tiers de l'écaille, proche de l'axe de symétrie, la pression de contact comprise entre 4,5 et 5,3GPa s'est révélée relativement homogène. Le premier point de contact a présenté l'intensité la plus faible. Les points alentours ont, en effet, subi un différentiel de vitesse normale et tangentielle légèrement plus élevé, provoqué par la propagation latérale de l'onde de choc et la faible courbure dans cette zone.

Le deuxième tiers de l'écaille a présenté un pic de pression supérieur à 7,5GPa. Dans cette zone, la courbure de l'écaille augmente. La surface de contact du substrat est donc mise en vitesse dans le sens opposé à celle de l'écaille, par la propagation du choc latéral, avant que l'impact ne se produise. Le différentiel de vitesse normale et tangentielle devient, par conséquent, maximal, engendrant ainsi une intense pression de contact qui diminue progressivement avec l'angle d'impact. Ainsi, la partie périphérique de cette zone voit sa pression chuter. Les interactions métallurgiques qui surviennent lors de l'impact doivent être maximales dans cette zone de pression maximale.

Sur le dernier tiers de l'écaille, dans sa couronne périphérique, la pression de contact s'homogénéise autour de 1,5 à 2GPa. Ce niveau plus bas est la conséquence de l'angle d'impact induit par la courbure de l'écaille et par la non-simultanéité de l'atteinte de la vitesse normale maximale, de sens opposé, à la surface de l'écaille et du substrat dans cette zone.

L'évolution et l'intensité de la pression de contact le long de l'interface se sont révélées similaires pour chaque température de préchauffage comprise entre 20 et 400°C. Le seul paramètre local modifié est donc la température le long de l'interface. Ainsi, la visualisation à fine échelle et l'analyse d'écailles ayant impacté dans ces conditions permettra effectivement l'étude de l'influence de la température de préchauffage sur les phénomènes physico-chimiques qui se produisent lors de l'impact.

#### 2.2.4. Conclusion

Quelle que soit l'intensité du préchauffage, les écailles projetées sur le substrat ne sont pas maintenues mécaniquement par ce dernier lors de l'impact. En effet, les déformations finales ne révèlent de recouvrement de l'écaille par le substrat. Les interactions physico-chimiques sont, par conséquent, majoritairement responsables de leur adhérence.



Le long de l'interface, la température locale évolue peu par rapport aux intensités des préchauffages considérés. De plus, la pression de contact n'évolue que peu en fonction de l'intensité du préchauffage. L'étude des phénomènes responsables de l'adhérence en fonction de la température des matériaux avant impact se révèle donc réalisable.

Si des interactions physico-chimiques responsables de l'adhérence viennent à apparaître le long de l'interface, les phénomènes correspondants doivent présenter des différences décelables par observation à fine échelle. Les niveaux de pression et de température calculées indiquent que le développement de ces phénomènes doit être maximal dans la zone intermédiaire. Dans le cas contraire, le rôle de la durée d'interaction pourrait être considéré comme primordial dans l'établissement de ces interactions. Toutefois, en tout point de l'interface, la durée d'interaction est largement supérieure à celle calculée dans le cas des particules élémentaires. Ainsi, le faible développement des phénomènes physico-chimiques dans certaines zones ne serait que la conséquence des paramètres de pression et de température locale.

### 3. CONCLUSION

L'un des objectifs de ce mémoire est de comprendre l'origine et l'évolution des phénomènes qui surviennent aux interfaces, lors de l'impact, en fonction des conditions d'impact. L'aspect largement hors d'équilibre et non linéaire de l'impact rend l'analyse expérimentale post-opératoire délicate. L'évolution des paramètres tels que la pression de contact ou la température locale le long de l'interface, uniquement accessible par simulation numérique, a donc dû être estimée. Dans ce but, la modélisation numérique d'impact de particule et d'écaille sur un substrat a été développée. Ainsi, l'influence de la vitesse d'impact, du diamètre de particule, de la nature du substrat et de la température de préchauffage ont pu être étudiées.

Toutes conditions d'impact égales par ailleurs, le fond de la particule, la zone intermédiaire et le bord de la particule correspondaient à différentes durées d'interaction, pressions de contact et températures locales atteintes. Ces trois zones doivent donc être, par conséquent, le siège de phénomènes physico-chimiques différemment développés. La détermination de l'évolution des paramètres le long de l'interface a donc permis la prédiction de zones à observer préférentiellement à l'échelle submicronique.

A vitesse donnée, les simulations numériques ont montré une élévation de la température et de la pression de contact le long de l'interface. Il existe un diamètre critique qui permet un brusque saut de température et une activation de phénomènes tels que la fusion puis la diffusion à l'état liquide.

A diamètre donné, seule la température évolue de manière notable. Il existe donc également une vitesse critique au-dessus de laquelle certains phénomènes peuvent s'activer.

La modification de la nature du substrat par un alliage 2017 d'aluminium a provoqué des augmentations de pression et de température. A conditions d'impact identiques, les phénomènes aux interfaces doivent donc être plus développés que ceux observés pour de l'aluminium pur. D'autre part, si les interactions observées à fine échelle se révèlent être de même nature pour les deux types de substrat, l'étude de l'influence de la température de préchauffage par impact d'écaille de cuivre sur un substrat d'Al2017 est représentative. Les simulations numériques ont d'ailleurs confirmé l'aspect non confiné de cette interaction. Bien que la pression évolue intensément le long de l'interface, la température locale varie peu par rapport à la température de préchauffage. De plus, la pression de contact reste constante quelle que soit l'intensité du préchauffage. Les phénomènes responsables de l'adhérence peuvent ainsi être révélés en fonction de la température des matériaux avant impact.

La simulation numérique de l'impact à grande vitesse avec prise en compte des interactions thermiques et physico-chimiques entre la particule et le substrat pourrait se révéler être une technique efficace pour élucider ou prédire les mécanismes d'adhérence qui surviennent lors de la projection dynamique. Toutefois, le caractère largement hors d'équilibre et les conditions extrêmes qui règnent le long de l'interface modifient certainement les échanges métallurgiques. Si elle permet de définir des zones pour lesquelles des différences devraient apparaître, la modélisation seule ne peut pas constituer l'unique outil pour déterminer les phénomènes qui se produisent pendant l'impact. Les visualisations post-opératoires, à l'échelle submicronique, offrent la possibilité de recouper expérience et simulation numérique. L'influence des conditions d'impact sur les phénomènes survenant le long de l'interface peut être ainsi élucidée. Ces analyses font, par conséquent, l'objet du chapitre suivant.



---

*Chapitre 5 :  
Phénoménologie à l'interface*

---



# Chapitre 5 :

## Phénoménologie à l'interface

### Sommaire

<b>1. INFLUENCE DE LA VITESSE D'IMPACT .....</b>	<b>144</b>
1.1. Fond de particule .....	144
1.1.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$ .....	145
1.1.2. Impact à $430\text{m.s}^{-1}$ .....	146
1.1.3. Impact à $480\text{m.s}^{-1}$ .....	147
1.1.4. Discussion .....	148
1.2. Zone intermédiaire .....	149
1.2.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$ .....	149
1.2.2. Impact à $430\text{m.s}^{-1}$ .....	151
1.2.3. Impact à $480\text{m.s}^{-1}$ .....	152
1.2.4. Discussion .....	154
1.3. Bord de particule .....	155
1.3.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$ .....	155
1.3.2. Impact à $430\text{m.s}^{-1}$ .....	156
1.3.3. Impact à $480\text{m.s}^{-1}$ .....	156
1.3.4. Discussion .....	157
1.4. Conclusion.....	158
1.4.1. Fond de particule.....	158
1.4.2. Zone intermédiaire .....	158
1.4.3. Bord de particule .....	159
<b>2. INFLUENCE DU DIAMETRE DE PARTICULE .....</b>	<b>159</b>
2.1. Fond de particule .....	160
2.2. Zone intermédiaire .....	161
2.3. Bord de particule .....	162
2.4. Conclusion.....	164

<b>3. INFLUENCE DE LA NATURE DU SUBSTRAT .....</b>	<b>165</b>
3.1. Fond de particule.....	165
3.2. Zone intermédiaire .....	166
3.3. Bord de particule .....	167
3.4. Conclusion.....	168
<b>4. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE PRECHAUFFAGE .....</b>	<b>169</b>
4.1. Préchauffage à 20°C.....	169
4.2. Préchauffage à 200°C.....	170
4.3. Préchauffage à 400°C.....	171
4.4. Conclusion.....	172
<b>5. CONCLUSION.....</b>	<b>173</b>

Les conditions d'impact influent sur l'évolution des paramètres physiques proche de l'interface tels que la température locale et la pression de contact, ou encore sur le temps d'interaction avant le rebond éventuel de la particule. Celui-ci a été défini comme la durée entre l'instant où le fond de la particule entre en contact avec le substrat et celui où l'interface s'est complètement ouverte (cf. Chapitre 4, § 1.2.1). L'augmentation de ces grandeurs favorise les interactions donc l'adhérence entre la particule et le substrat. Un lien doit donc être généré pendant l'impact, le long de l'interface, afin d'éviter le rebond. En fonction des conditions d'impact, la nature de ce lien peut se révéler différente. En effet, l'amélioration des interactions entre les matériaux mis en contact doit favoriser différents phénomènes physiques, sur des zones de l'interface d'étendue variable. Ces phénomènes sont ainsi directement responsables de l'adhérence entre la particule et le substrat.

L'objectif de ce chapitre est de comprendre par observation l'influence des conditions d'impact sur les phénomènes induits aux interfaces. Corrélée à l'évolution des paramètres locaux obtenus par simulation numérique, la connaissance de cette influence doit permettre de définir les causes et la chronologie des phénomènes responsables de l'adhérence. Cela constituera la première étape de l'établissement entre le niveau d'adhérence des particules et les phénomènes physiques observables le long de l'interface.

Dans un premier temps, les interfaces des particules, de diamètre similaire, s'étant écrasées à différentes vitesses ont été observées jusqu'à l'échelle atomique et analysées afin d'étudier l'influence de ce paramètre. Cela a permis de définir les différents phénomènes physico-chimiques susceptibles de survenir durant l'impact.

Puis, l'influence du diamètre sur le développement de ces interactions a été mise en évidence par l'analyse de l'interface d'une particule plus large projetée sur le substrat à même vitesse.

L'influence de la nature du substrat a ensuite été menée via l'observation et l'analyse des phénomènes physiques survenus entre une particule de cuivre et l'alliage d'aluminium Al2017. La comparaison de ces interactions avec celles identifiées dans le cas d'un substrat d'aluminium pur ont permis de justifier d'utilisation de cet alliage pour l'étude de l'influence de la température de préchauffage.

Enfin, l'analyse et la comparaison des interfaces d'écailles écrasées, préchauffées à différentes températures avant l'impact, ont permis l'étude de l'influence de ce paramètre sur les phénomènes générés lors de l'impact. L'alliage d'aluminium Al2017 a été utilisé comme substrat afin de limiter l'ancrage du projectile et son développement en milieu confiné.



## 1. INFLUENCE DE LA VITESSE D'IMPACT

Afin de comprendre l'influence de la vitesse d'impact sur les interactions survenant le long de l'interface, des particules de  $10\mu\text{m}$  de diamètre étant entrées en collision avec un substrat à environ  $380$ ,  $430$  et  $480\text{m.s}^{-1}$  ont été sélectionnées. Ces vitesses ont été déterminées par comparaison de la déformation finale observée expérimentalement avec celle calculée numériquement (cf. Chapitre 3, § 2.2.4). Pour définir l'origine puis comparer les phénomènes physiques survenus le long de l'interface pendant l'impact, des observations à l'échelle submicronique sont nécessaires. Pour cela, des lames minces de particules entières écrasées et découpées selon leur diamètre ont été réalisées au FIB\* puis visualisées par microscopie électronique en transmission MET\* (cf. Chapitre 2, § 3.5.1). Outre une différence morphologique visible sur les clichés en fond clair (Figure V-1), l'analyse de ces lames a révélé, le long de l'interface, trois zones dans lesquelles les interactions survenues lors de l'impact sont différentes. Ces zones que l'on dénommera fond de particule, zone intermédiaire et bord de particule, avaient été prédites par la simulation numérique de l'impact de particules (cf. Chapitre 4, § 1.2). Chacune de ces zones a donc été observée et les phénomènes y siégeant ont ainsi pu être comparés en fonction de la vitesse d'impact.

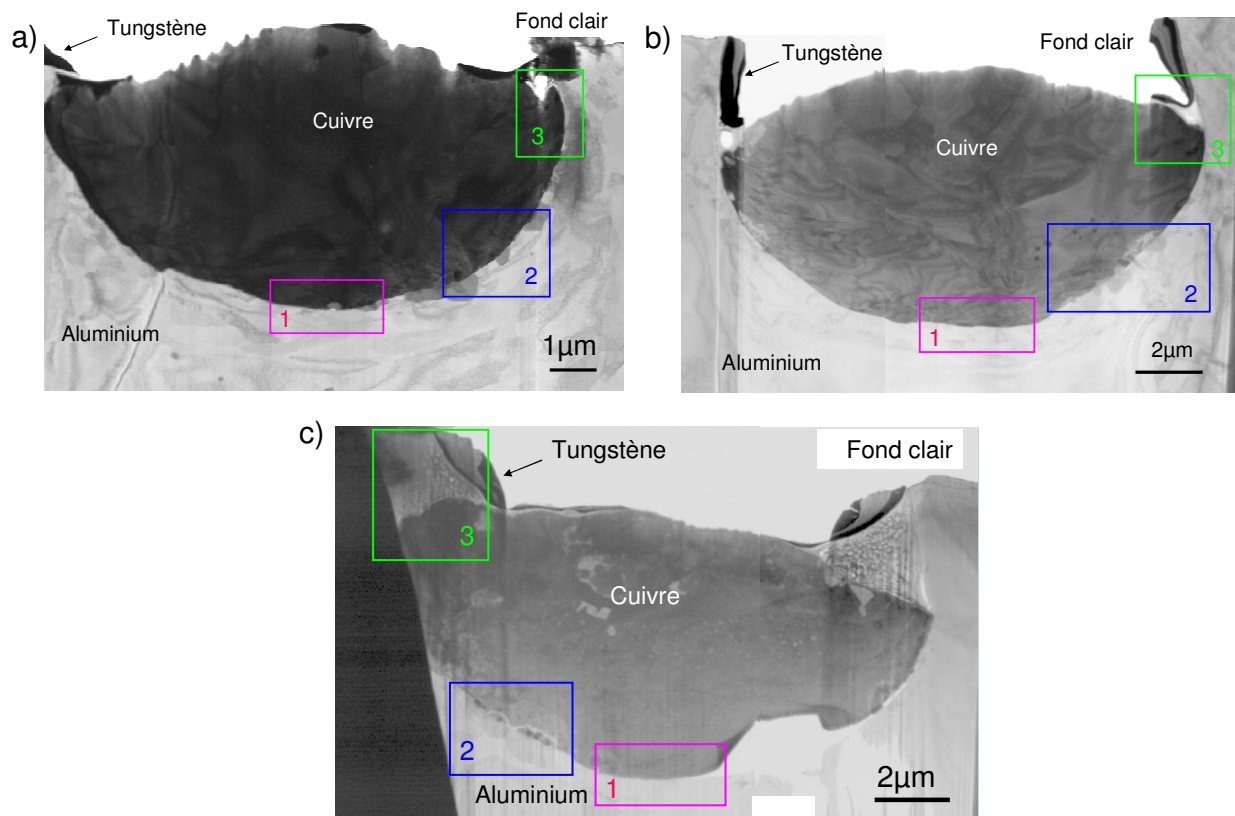


Figure V-1 : Images en transmission en fond clair de coupes de particules de  $10\mu\text{m}$  de diamètre projetées à a)  $380\text{m.s}^{-1}$ , b)  $430\text{m.s}^{-1}$  et c)  $480\text{m.s}^{-1}$ .

### 1.1. Fond de particule

Près du fond de la particule, les simulations numériques annonçaient la pression de contact la plus intense pour la température locale la plus faible (cf. Chapitre 4, § 1.2). Ainsi, cela laissait présager la présence d'une interaction métallurgique, même faiblement développée.

Une analyse de la composition chimique par profil EDX\* à travers l'interface a donc été effectuée pour chaque particule afin de déterminer l'influence de la vitesse d'impact sur la profondeur de diffusion. Les pointés ont été réalisés tous les 20nm, sur une ligne de 1,5µm perpendiculaire à l'interface avec une taille de sonde de 2nm. D'autre part, des visualisations à fine échelle ont été menées pour établir, en fonction de la vitesse d'impact, l'origine des phénomènes survenus dans cette zone lors de l'impact.

### 1.1.1. Impact à 380m.s<sup>-1</sup>

La concentration massique de l'aluminium, du cuivre et de l'oxygène ont été mesurées expérimentalement à travers l'interface (Figure V-2). Dans cette zone, la couche d'oxyde est présente en continu tout le long de l'interface. De plus, les images en fond noir montrent une zone diffusante quelle que soit l'orientation de la lame. Cela indique que cette couche d'oxyde est amorphe ou structurée en aiguilles suffisamment fines pour induire des interférences de diffraction. Malgré une épaisseur comprise entre 30 et 60nm, une importante interaction métallurgique entre la particule et le substrat s'est produite. Le cuivre a, en effet, diffusé profondément dans l'aluminium sur plusieurs centaines de nanomètres.

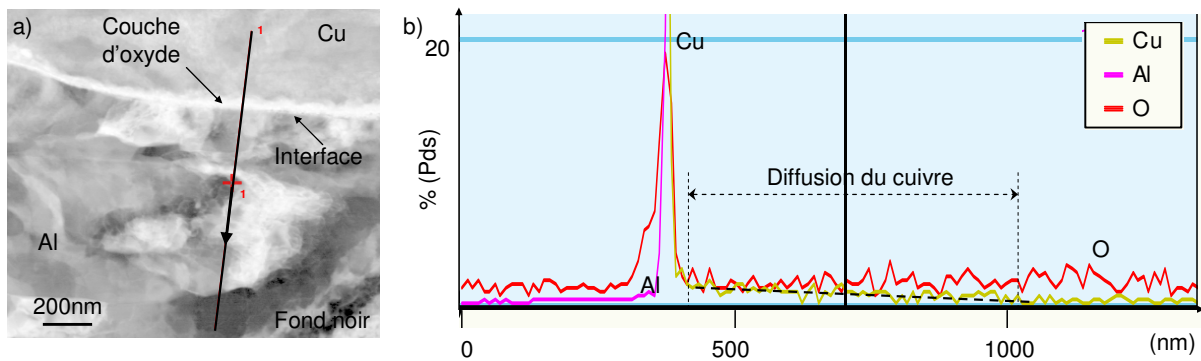


Figure V-2 : a) Image STEM\* en fond noir avec localisation du profil EDX\* et b) analyse par profil EDX\* à travers l'interface en fond de particule ayant impacté à 380m.s<sup>-1</sup>

D'autre part, dans la particule comme dans le substrat, des grains fortement déformés et orientés selon la direction de l'interface mais non nanocristallisés ont été observés, en fond noir (Figure V-3). Cela a permis d'estimer une profondeur d'environ 5µm de substrat affecté par l'impact. Cette épaisseur se décompose en deux bandes : l'une de 1,5µm soumise à de forts gradients thermomécaniques et l'autre de 3,5µm sollicitée moins intensément.

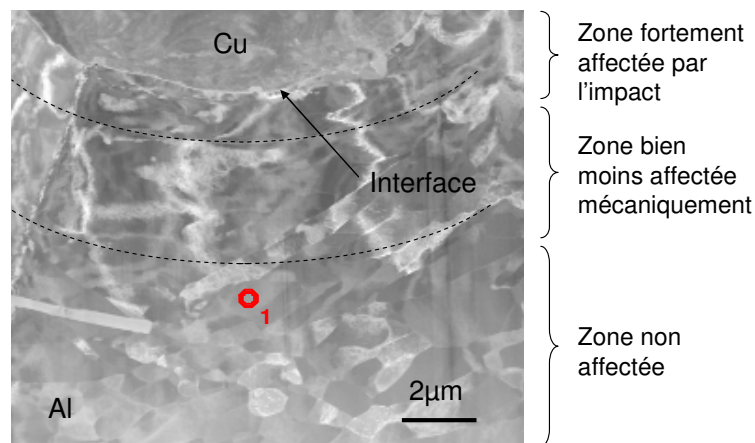


Figure V-3 : Image STEM\* en fond noir de la déformation des grains du substrat

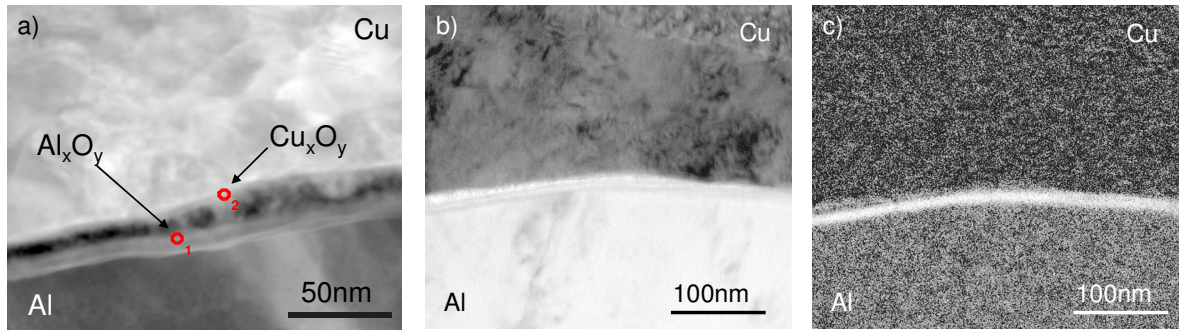
1.1.2. Impact à  $430\text{m.s}^{-1}$ 

Figure V-4 : Images en transmission de l'interphase au fond d'une particule projetée à  $430\text{m.s}^{-1}$  et localisation de l'oxygène par spectroscopie par perte d'énergie : a) image STEM\* en contraste chimique b) image STEM\* en fond noir et c) image EFTEM\* filtrée sur le seuil K de l'oxygène

Un cliché STEM\* en fond noir a permis de visualiser la zone interfaciale et de mettre en évidence la présence d'une phase amorphe d'environ 10nm d'épaisseur. Cette dernière est composée de deux parties devenues sans cohésion localement (Figure V-4.a). Des pointés EDX\* ont révélé un taux d'oxygène supérieur à celui des phases d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Une cartographie de la teneur en oxygène (Figure V-4.c) a été réalisée dans cette zone par spectroscopie de perte d'énergie, i.e. à l'aide d'images filtrées sur le seuil K de l'oxygène (cf. Chapitre 2, § 3.1.5.2). La présence d'oxygène est représentée en blanc. La phase amorphe s'est révélée fortement oxydée par rapport aux zones plus éloignées de la zone interfaciale.

Ainsi, cette phase double n'est pas la conséquence de la solidification rapide de l'aluminium fondu. Elle est certainement constituée des couches d'oxydes initialement présentes à la surface des matériaux. D'une épaisseur comprise entre 10 et 30nm, sa structure initiale en aiguilles a été transformée pendant l'impact au profit d'une phase moins structurée. La décohésion locale de ces phases révèle un niveau adhérence réduit dans cette zone et laisse présager une interaction moins importante que dans le cas des vitesses inférieures. Une analyse chimique par profil EDX\* a donc été réalisée et a permis d'estimer l'épaisseur de diffusion du cuivre dans l'aluminium à quelques centaines de nanomètres (Figure V-5).

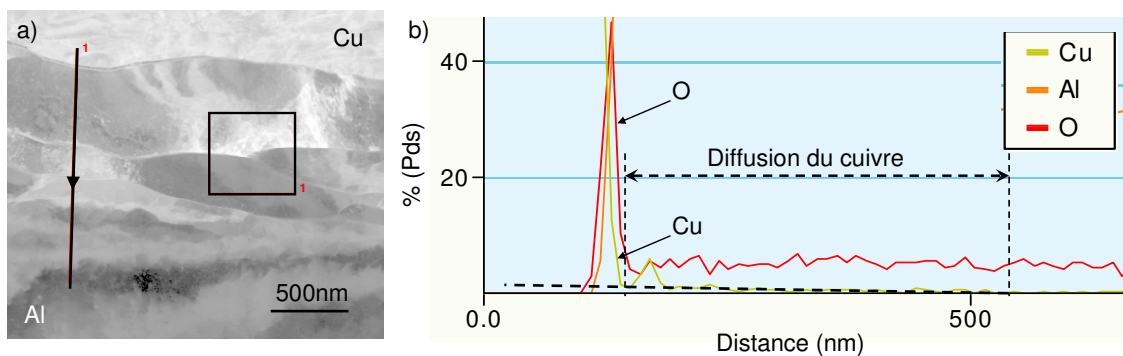


Figure V-5 : a) Image STEM\* en fond noir avec localisation du profil EDX\* et b) analyse par profil EDX\* à travers l'interface au fond d'une particule projetée à  $430\text{m.s}^{-1}$

D'autre part, les grains fortement déformés de cette zone ont été observés afin d'estimer l'épaisseur de la zone affectée (Figure V-6). Une visualisation en fond noir en faisant varier l'angle de diffraction a été nécessaire afin de visualiser convenablement l'ensemble des grains. Avec une épaisseur comprise entre 1 et  $1,5\mu\text{m}$ , la zone fortement affectée par l'impact n'a pratiquement pas évolué par rapport à ce que l'on avait pour un impact à vitesse inférieure.

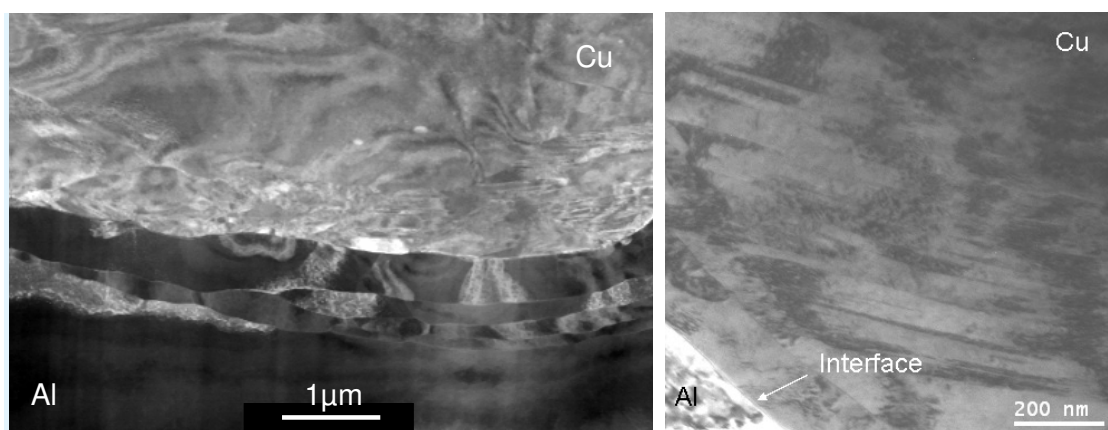


Figure V-6 : Images en transmission en fond noir de la déformation des grains du substrat

### 1.1.3. Impact à $480\text{m.s}^{-1}$

Proche du fond de la particule, la zone interfaciale a été observée en contraste de numéro atomique (Figure V-7.a). Un liseré dont la composition semble proche de celle du cuivre a été détecté. Un profil EDX\* a donc été réalisé à travers cette zone afin de comprendre les phénomènes survenus pendant l'impact et estimer la profondeur de diffusion du cuivre dans l'aluminium (Figure V-7.b). Un profil classique de diffusion, i.e. sans précipitation de seconde phase, a été obtenu sur une épaisseur supérieure au micron, i.e. sur une distance supérieure à celles mesurées pour les vitesses inférieures. D'autre part, l'aluminium apparaît plus oxydé que précédemment. La violence de l'impact, et par conséquent l'élévation des paramètres locaux proches de l'interface, en est probablement la cause.

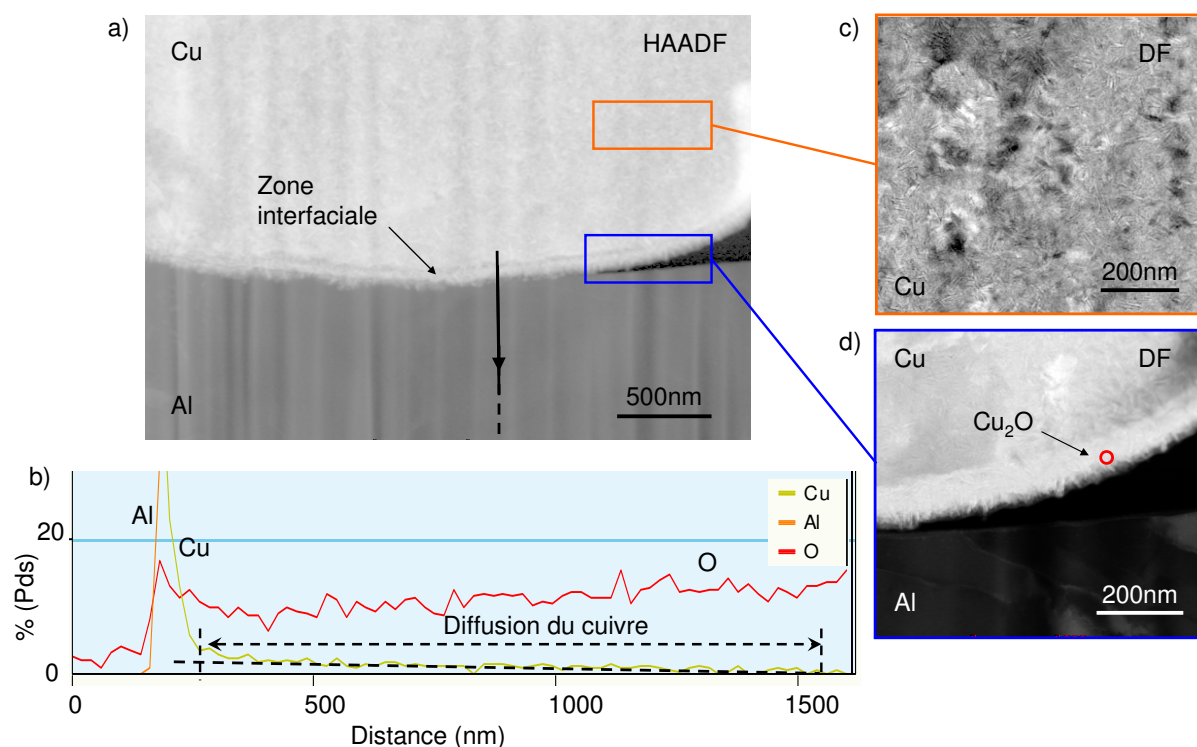


Figure V-7 : a) Image STEM\* en contraste chimique de l'interphase en fond d'une particule projetée à  $480\text{m.s}^{-1}$ , b) analyse chimique par profil EDX\* à travers l'interface, puis observation en fond noir de la structure c) de la particule et d) de l'interphase



Dans cette zone, un cliché STEM\* en fond noir a permis de mettre en évidence la structure en aiguilles du liseré présent le long de l'interface (Figure V-7.c). Une analyse de la composition chimique par pointé EDX\* a permis d'identifier cette phase, dont l'épaisseur est comprise entre 70 et 100nm, comme étant l'oxyde de cuivre  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Toutefois, la formation de cette structure a pu être favorisée par une oxydation post opératoire de la lame mince. En effet, une structure similaire a pu être détectée par analyse STEM en fond noir dans une partie du cuivre plus éloignée de la zone interfaciale (Figure V-7.d).

D'autre part, les grains d'aluminium fortement déformés de cette zone ont également été observés en STEM fond noir afin d'estimer l'épaisseur de la zone affectée par l'impact (Figure V-8). Comprise entre 1 et  $1,5\mu\text{m}$ , celle-ci n'a pas évolué de manière significative par rapport à celles mesurées aux vitesses d'impact inférieures.

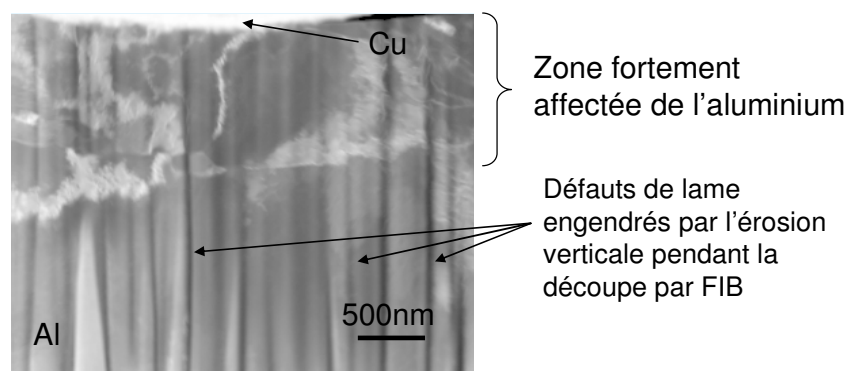


Figure V-8 : Image STEM\* en fond noir de la déformation des grains du substrat

#### 1.1.4. Discussion

Proche du fond de la particule, la comparaison des grains d'aluminium déformés indique une faible évolution de l'épaisseur de substrat fortement affectée par l'impact pour une variation de  $100\text{m.s}^{-1}$ . Pour ce diamètre de particule, cette zone s'étend jusqu'à  $1,5\mu\text{m}$  sous la zone interfaciale. Toutefois, cette épaisseur doit dépendre de l'énergie cinétique de la particule. Elle peut donc évoluer plus intensément avec le diamètre de cette dernière.

Pour les trois niveaux de vitesse, la diffusion du cuivre dans l'aluminium s'est opérée sur plusieurs centaines de nanomètres. La présence de la couche d'oxyde, encore détectable après impact, n'est donc pas suffisante pour inhiber la diffusion sous ces conditions de température et de pression de contact. L'augmentation de la longueur de diffusion par élévation de la vitesse d'impact a pu être observée lorsque la particule était restée en contact avec le substrat. Celle-ci traduit l'intensification des paramètres locaux proche de l'interface dans cette zone prédite par la simulation numérique de l'impact (cf. Chapitre 4, § 1.2).

La présence d'une interphase moins structurée entre la particule et le substrat doit permettre une interdiffusion plus aisée. Pourtant, la modification de la structure de la couche d'oxyde dans le cas de la vitesse intermédiaire a défavorisé les interactions. La décohésion détectée localement peut donc être suffisante pour limiter, voire inhiber, ces échanges. D'autre part, ce décollement traduit le niveau d'adhérence réduit engendré par cette diffusion au profil classique. Au fond de la particule, la structure en aiguilles de la couche d'oxyde peut promouvoir l'adhérence mécanique à l'échelle locale et par conséquent, autoriser les interactions sous haute pression en conservant le contact.

Cette amorphisation ne s'est pas opérée dans le cas des deux autres particules puisqu'elles présentaient une couche d'oxyde bien plus épaisse. Cette oxydation pourrait être la conséquence d'un effet de température du gaz propulseur utilisé lors de la projection par procédé cold spray. Ces deux particules ont en effet été obtenues sous 3MPa et 600°C et celle dont la couche d'oxyde était plus fine, sous 3MPa et 400°C.

Dans les conditions standard à 200°C sous une atmosphère de  $10^5$ Pa, seul un passage par l'état liquide permet d'atteindre ces profondeurs de diffusion durant la centaine de nanoseconde qu'a représenté la durée d'impact. A l'état solide, cette interaction n'aurait pas le temps nécessaire pour se développer ainsi. Elle ne serait, par conséquent, pas l'une des causes de l'adhérence de la particule au substrat. Toutefois, aucune trace de fusion à l'interface n'a été détectée dans cette zone. De plus, l'impact des particules engendre des pressions de contact de l'ordre de 2GPa et des températures locales inférieure à 150°C à l'interface (cf. Chapitre 4, § 1.2). Ces grandeurs peuvent s'avérer suffisantes à l'établissement d'une diffusion à l'état solide, sur ces épaisseurs, pendant ces durées d'interaction. Des expériences de diffusion statique à l'état solide sous conditions intenses ont été menées afin de s'en assurer (cf. Annexe 3). Sous 450MPa de pression de contact, le cuivre chauffé à 250°C a ainsi diffusé à l'état solide dans l'aluminium sur une épaisseur supérieure au micron en 75 secondes.

## 1.2. Zone intermédiaire

La zone qui s'étend du fond au bord de la particule, nommée zone intermédiaire, présente la température locale la plus élevée (cf. Chapitre 4, § 1.2). Les phénomènes physico-chimiques, tels que la diffusion, qui surviennent lors de l'impact doivent, par conséquent, être accentués. Pour chaque particule, des analyses de la composition chimique par profil EDX\* à travers la zone interfaciale ainsi que des observations à l'échelle submicronique ont donc été effectuées afin de déterminer l'influence de la vitesse d'impact sur ces phénomènes et leur origine.

### 1.2.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$

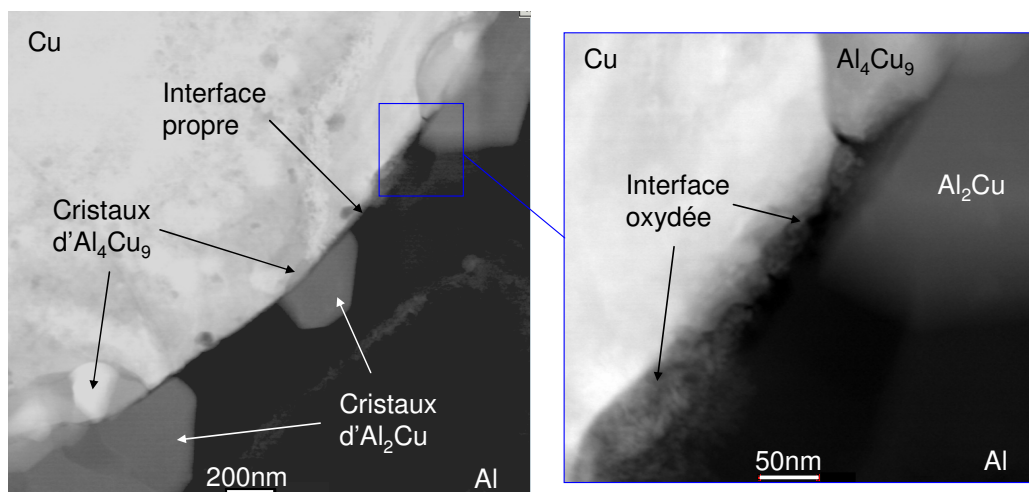


Figure V-9 : Image STEM\* en contraste chimique de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule ayant impacté à  $380\text{m.s}^{-1}$

En contraste de numéro atomique, plusieurs types de zones interfaciales ont été détectées (Figure V-9) : une interface « propre », i.e. présentant une faible couche d'oxyde, et sans cristallisation de la matière, une zone « propre » constituée d'interphases intermédiaires

d'environ 300nm d'épaisseur autour d'une faible couche oxydée, et une zone affichant une couche d'oxyde d'environ 50nm d'épaisseur, encore bien présente après impact, sous la forme d'une phase structurée en aiguilles.

Afin de déterminer la nature des phases nanocristallisées le long de la zone interfaciale et d'étudier les phénomènes d'interdiffusion, une analyse de la composition chimique par profils EDX\* à travers la zone interfaciale a été menée (Figure V-10). Les pointés ont été réalisés tous les 10nm, sur des lignes de 1,3µm, perpendiculairement à l'interface avec une sonde de 2nm.

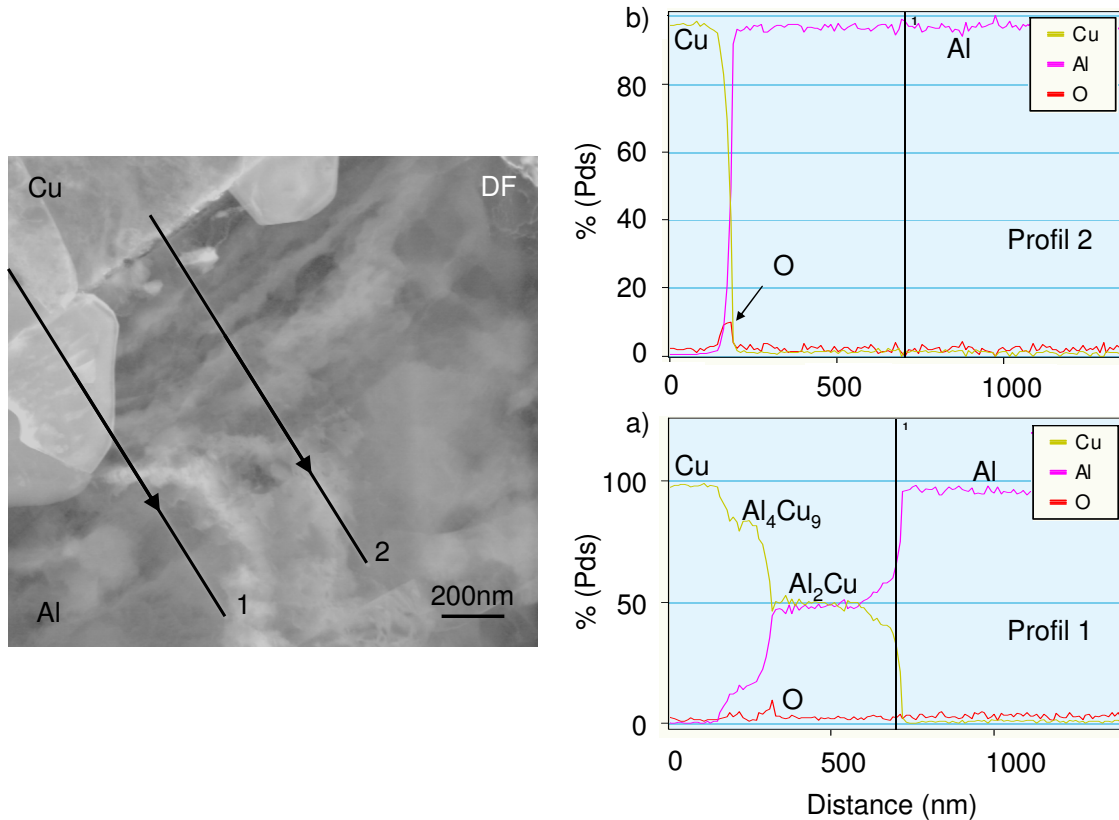


Figure V-10 : Image STEM en fond noir de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule projetée à  $380m.s^{-1}$  avec a) et b) analyses chimiques par profil EDX\*

Les nanostructures ont été identifiées comme étant des phases intermétalliques  $Al_xCu_y$  faiblement oxydées : des grains d' $Al_4Cu_9$  situés vers la particule de cuivre et d'autres d' $Al_2Cu$  situés vers le substrat (Figure V-10.a). Ces composés indiquent l'activation d'une intense diffusion dans cette zone au moment de l'impact. Par endroit, des cristaux d' $Al_2Cu$  ont été détectés sans grain d' $Al_4Cu_9$  en vis-à-vis. Leur formation n'est donc pas indissociable et semble marquer une diffusion plus intense du cuivre vers l'aluminium.

Les zones de contact direct entre le cuivre et l'aluminium ont révélé des profils de diffusion plus classiques, sur une épaisseur supérieure à 1µm (Figure V-10.b), bien supérieure à celle décelée en fond de particule.

Enfin, comparativement à la concentration massique en oxygène mesurée dans la phase structurée en aiguilles, celle de ces deux interfaces s'est révélée bien plus faible.

Comme pour le fond de la particule, aucune trace évidente de fusion des matériaux n'a été détectée. Le caractère fortement dynamique de cette interaction ainsi que les conditions intenses s'y rapportant doivent permettre la formation à l'état solide de ces phases.

D'autre part, une interaction de plus longue durée sous des niveaux de pression et de température plus élevés doivent permettre l'apparition de ces grains dans les zones présentant

une interface « propre ». Dans ces conditions, la zone interfaciale tendrait alors à devenir plus homogène le long de l'interface en présentant une interphase continue.

### 1.2.2. Impact à $430\text{m.s}^{-1}$

Des interphases identiques à celles repérées à plus faible vitesse ont été détectées en fond clair, sur une zone plus étendue (Figure V-11). Egalement équiaxiaux, les nanostructures en contact avec l'aluminium ont vu leur épaisseur croître de 300 à 500nm, mettant en évidence une meilleure diffusion du cuivre dans l'aluminium. En revanche, l'épaisseur de celles en vis-à-vis, situées vers le cuivre, a diminué jusqu'à 150nm. D'autre part, contrairement aux vitesses inférieures, ces dernières se sont développées indépendamment des cristaux d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ . La diffusion de l'aluminium dans le cuivre semble donc avoir été fortement favorisée. Cela peut être la conséquence de la fusion de l'aluminium dans cette zone. Cette hypothèse se trouve renforcée par la présence d'un liseré amorphe tout le long de l'interface dans cette zone.

Une analyse chimique par profil EDX\* à travers cette zone interfaciale a été réalisée afin d'identifier la composition des nanograins. Les pointés ont été réalisés tous les 5nm sur une ligne de 250nm perpendiculaire à l'interface avec une sonde de 2nm. Des phases différentes de celles obtenues à vitesse inférieure ont été révélées :

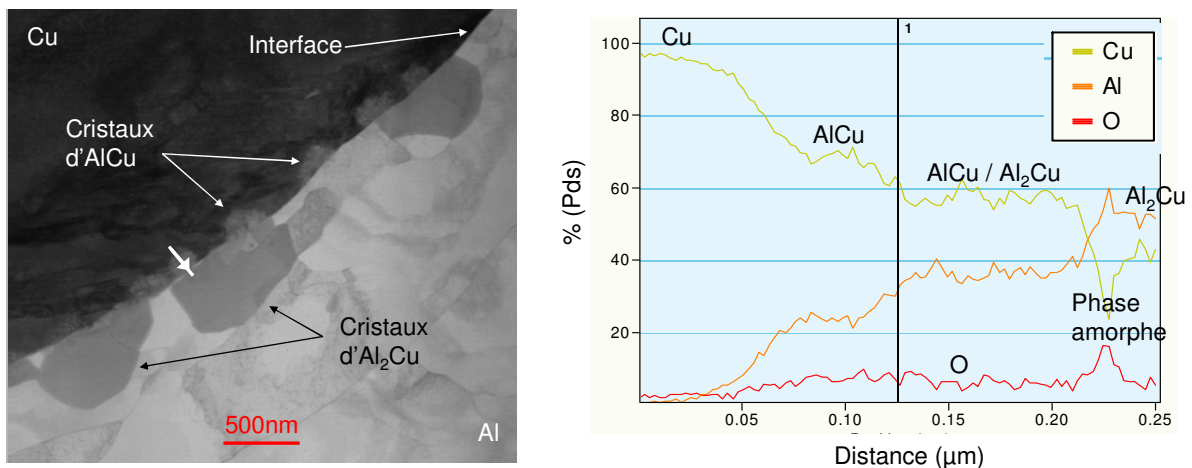


Figure V-11 : Image STEM en fond clair de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule projetée à  $430\text{m.s}^{-1}$  avec analyse chimique par profil EDX\*

En contact avec le cuivre, un composé intermétallique  $\text{AlCu}$  a été identifié sur une épaisseur de 30nm. Bien plus riche en aluminium que la phase  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  détectée à vitesse inférieure, ce composé met en avant la plus intense diffusion de l'aluminium dans le cuivre. Son apparition peut être la conséquence d'un enrichissement en cuivre d'une zone dont la composition avant recristallisation était proche de celle de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Elle peut également être l'enrichissement en aluminium d'une zone dont la composition avant recristallisation était proche de celle de l' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ .

Accolé, représenté par un palier sur le graphique, un composé intermédiaire d'environ 85nm d'épaisseur et de composition comprise entre  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}$  a été identifié. Ce palier est suffisamment long pour exclure l'hypothèse du recouvrement de deux grains d' $\text{AlCu}$  et d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ . En revanche, cette unique structure peut être composée d'un mélange de ces deux phases. Ce composé peut également être métastable et ainsi résulter de la cristallisation par refroidissement rapide d'une zone ayant présenté cette composition particulière. Cette dernière



peut alors provenir d'un enrichissement en aluminium d'une composition proche de celle de l'AlCu ou d'un enrichissement en cuivre d'une composition avoisinant celle de l'Al<sub>2</sub>Cu.

Une interphase amorphe d'une dizaine de nanomètres d'épaisseur a ensuite été révélée. Majoritairement constituée d'aluminium oxydé, elle doit provenir de la fusion du substrat au moment de l'impact. La présence non négligeable du cuivre indique que la diffusion s'opère à travers cette interphase, dont la structure amorphe facilite la diffusion.

Enfin, le composé intermétallique Al<sub>2</sub>Cu a été identifié en contact avec la phase amorphe. Comme dans le cas des vitesses inférieures, celui-ci témoigne de l'intense diffusion du cuivre au travers de la zone interfaciale.

D'autre part, les intermétalliques présentaient un taux d'oxydation sensiblement plus élevé que ceux obtenus à basse vitesse, mais inférieurs à 15% en poids, ce qui était représentatif de la diffusion. Pendant l'impact, sous l'effet de l'augmentation de la pression et de la température locale, la diffusion de l'oxygène a, en effet, été favorisée. Sa concentration massique dans les différentes zones a ensuite été figée au moment de la cristallisation.

L'interphase amorphe est située entre le composé Al<sub>2</sub>Cu et celui de composition intermédiaire. De plus, la composition de ce dernier semble plus proche de celle de l'intermétallique AlCu que de celle de l'Al<sub>2</sub>Cu. Par conséquent, il provient certainement de la cristallisation, après enrichissement en aluminium, d'une zone dont la composition était proche de celle de l'AlCu. Cela implique que la formation de l'intermétallique AlCu a été la conséquence d'un enrichissement en aluminium d'une zone dont la composition approchait celle de l'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>, identifiée dans le cas de la vitesse inférieure. Une telle intensification de la diffusion de l'aluminium renforce l'hypothèse de fusion de matière le long de l'interface.

### 1.2.3. Impact à 480m.s<sup>-1</sup>

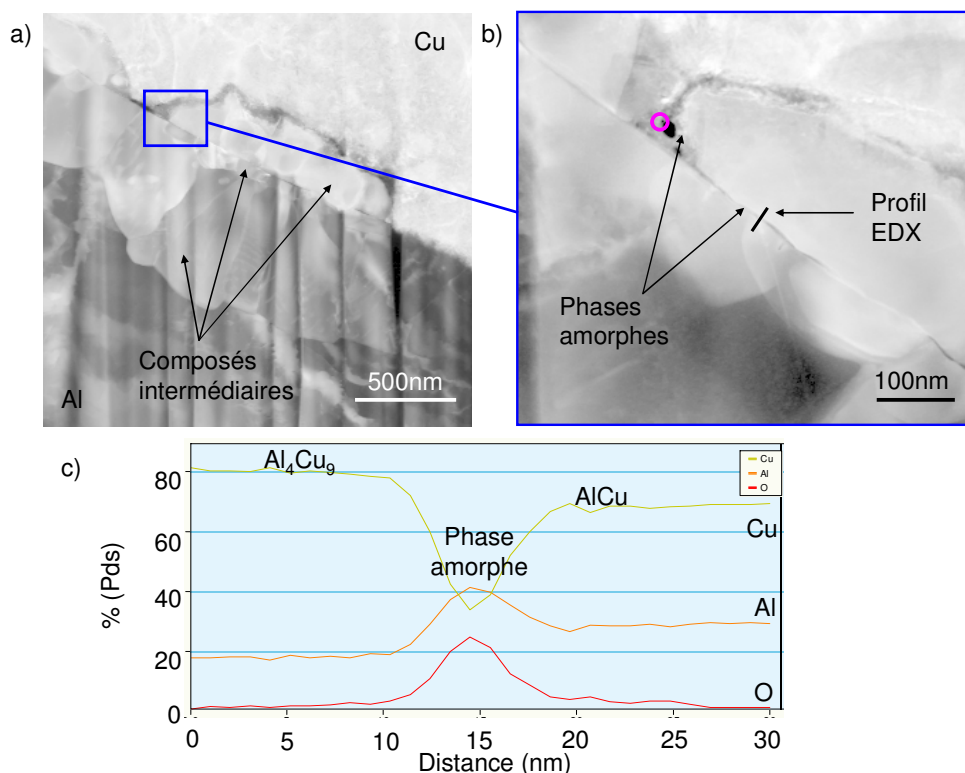


Figure V-12 : a) et b) Images STEM\* en fond clair de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule ayant impacté à 480m.s<sup>-1</sup> avec c) analyse chimique par profil EDX\* de l'interphase centrale

Pour la particule projetée à  $480\text{m.s}^{-1}$ , les composés intermédiaires regroupés par amas semi-circulaires dans le cas de la plus faible vitesse, ont également été détectés, en fond clair (Figure V-12.a), sur une zone plus étendue. Les conditions d'impact plus sévères élèvent la pression de contact et la température locale proche de l'interface (cf. Chapitre 4, § 1.2.4). Cela permet alors d'activer la formation d'intermétalliques sur une surface plus étendue et rend les liaisons métallurgiques plus homogènes le long de l'interface.

Egalement équiaxiales, les nanostructures en contact avec l'aluminium ont vu leur épaisseur croître jusqu'à  $700\text{nm}$  et celle des grains en contact avec le cuivre jusqu'à  $300\text{nm}$ . Entre ces deux phases, un troisième composé d'environ  $50\text{nm}$  d'épaisseur a également été détecté. En revanche, la phase amorphe s'est révélée présente à la fois dans la zone interfaciale entre les nanograins et dans celle en contact avec le cuivre (Figure V-12.b). Des analyses chimiques par pointé et profil EDX\* ont permis de d'estimer leur composition respective. Celle de la phase amorphe en contact avec le cuivre a été estimée à 60% (O), 10% (Al) et 30% (Cu) en poids. Elle peut correspondre à de l'oxyde de cuivre  $\text{Cu}_2\text{O}$ , initialement détecté en surface de particule (cf. § 1.1.3), fortement appauvri en cuivre et enrichi en aluminium par diffusion. La phase présente entre les nanograins s'est révélée bien plus riche en aluminium (Figure V-12.c). Celle-ci peut correspondre à de l'aluminium fondu ou de l'oxyde d'aluminium amorphisé.

Une analyse chimique par profil EDX\* à travers la zone interfaciale a été réalisée afin d'identifier la composition de ces structures cristallisées en grains équiaxes (Figure V-13). Les pointés ont été effectués tous les  $10\text{nm}$  sur une ligne de  $1,3\mu\text{m}$  perpendiculaire à la zone interfaciale avec une sonde de  $2\text{nm}$ .

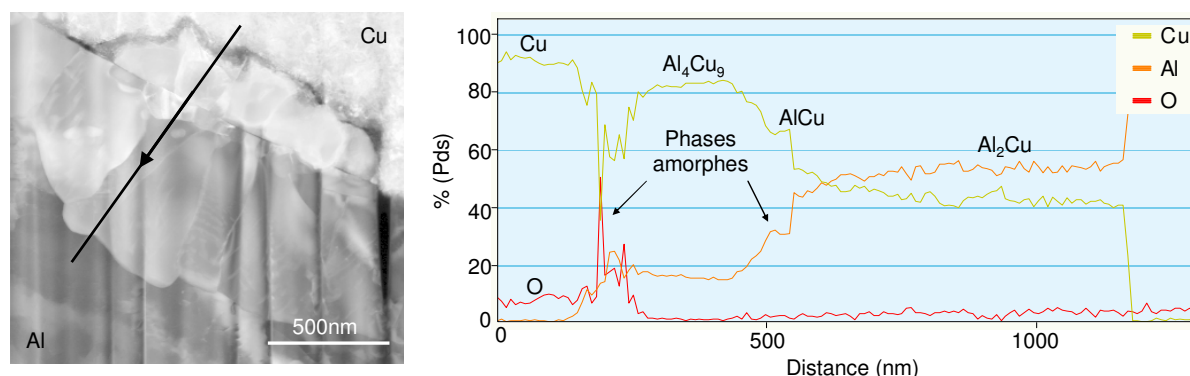


Figure V-13 : Analyse chimique par profil EDX\* à travers l'intégralité de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule ayant impacté à  $480\text{m.s}^{-1}$

De la particule au substrat, l'interphase s'est révélée constituée de différentes structures dont la composition a été identifiée.

En contact direct avec la particule de cuivre, une phase amorphe d'environ  $60\text{nm}$  d'épaisseur, majoritairement constituée de cuivre et fortement oxydée, a été détectée. L'intense diffusion dans cette zone après fusion des matériaux peut expliquer la présence non négligeable d'aluminium.

Accolé à cette phase, un composé intermédiaire  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  de  $250\text{nm}$  d'épaisseur a été détecté. Celui-ci peut provenir d'une cristallisation après diffusion d'aluminium dans du cuivre pur après diffusion du cuivre dans une zone de composition proche de celle de l'AlCu.

Une phase amorphe a ensuite été détectée. D'une épaisseur inférieure à  $10\text{nm}$ , cette phase était majoritairement constituée d'aluminium fortement oxydé. La présence de cuivre, inséré

par diffusion, a également été détectée. La composition de cette phase n'a pas été déterminée avec précision par cette analyse EDX\*. L'utilisation d'un pas d'analyse de 10nm, trop grossier, en a été la cause. Toutefois, une même phase avait été mise en évidence et sa composition mesurée à quelques dizaines de nanomètres de cette zone d'analyse (cf. Figure V-12). La composition de ces deux phases peut donc être considérées identiques.

Un composé intermétallique AlCu de 50nm d'épaisseur a été mis en évidence en aval de cette phase amorphe. Celui-ci a pu provenir d'une cristallisation après diffusion d'aluminium dans une zone dont la composition était celle de l'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> ou après celle du cuivre dans une zone dont la composition était celle de l'Al<sub>2</sub>Cu.

Juxtaposé au grain d'AlCu, un nanograin d'intermétallique Al<sub>2</sub>Cu de 600nm d'épaisseur a été identifié. Contrairement aux vitesses inférieures, ces deux phases se situent du même côté de la phase amorphe. De plus, la partie du grain d'Al<sub>2</sub>Cu en contact avec l'AlCu s'est révélée plus riche en cuivre que l'autre extrémité. Il semble donc que la diffusion du cuivre dans l'aluminium ait été suffisamment intense pour atteindre, avant la cristallisation, la composition de l'AlCu à partir d'une zone de composition égale à celle de l'Al<sub>2</sub>Cu.

Initialement constituée de grains d'AlCu et d'Al<sub>2</sub>Cu, autour d'une fine phase amorphe majoritairement constituée d'aluminium, l'interphase a ensuite évolué par rapport au cas de la vitesse inférieure, par intensification des grandeurs locales. La présence de la phase amorphe principalement constituée de cuivre directement en contact avec la particule indique que la diffusion du cuivre à travers l'ensemble de l'interphase a pu s'accroître, au même titre que celle de l'aluminium. Ainsi, avant cristallisation, la zone dont la composition était proche de celle de l'AlCu a été fortement enrichie en cuivre pour former l'intermétallique Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>. L'évolution de la zone de composition proche de celle de l'Al<sub>2</sub>Cu a également permis de générer le composé intermédiaire AlCu. Dans le grain d'Al<sub>2</sub>Cu, la concentration massique de cuivre plus élevée à l'extrémité en contact avec l'AlCu en est la preuve. L'intense diffusion de l'aluminium, amplifiée par des conditions d'impact plus sévères a, en retour, permis de développer ces phases sur de plus grandes épaisseurs.

L'élévation des grandeurs locales proche de l'interface doit permettre le développement complet de l'interphase. La diffusion du cuivre doit alors former l'intermétallique le plus riche en cuivre, l'AlCu<sub>4</sub>, à partir d'une zone, non cristallisée, de composition avoisinant celle de l'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>. L'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> doit être formé à partir d'une zone, non cristallisée, de composition proche de celle de l'AlCu, et ainsi de suite. De plus, les épaisseurs de diffusion et donc des composés intermédiaires doivent augmenter.

#### 1.2.4. Discussion

##### a. Oxydation

Dans cette zone où le contact est permanent, la présence de la couche d'oxyde sous forme d'une phase à structure en aiguilles semble freiner la diffusion et empêcher la recristallisation des composés intermédiaires sous forme de nanograins. La fragmentation de la couche d'oxyde ou son passage en phase amorphe favorise les interactions métallurgiques. En effet, la phase amorphe permet une interdiffusion intense dont les effets sont proches de ceux obtenus à l'état liquide. Ces interphases amorphes fortement oxydées se sont d'ailleurs révélées riches en cuivre et en aluminium. A partir de celles-ci, les composés intermédiaires d'AlCu, d'Al<sub>2</sub>Cu et d'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> ont pu apparaître dans la zone interfaciale. L'oxydation de ces intermétalliques a pu s'effectuer par diffusion de l'oxygène jusqu'au moment de la cristallisation. En effet, sous les conditions extrêmes de pression de contact et de température élevée, cette diffusion a été favorisée.

## b. Diffusion

Les nanostructures d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et d' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  détectées avec les conditions de diffusion les moins intenses ont pu être formées à l'état solide. En revanche, la plus intense diffusion mise en évidence pour les vitesses d'impact supérieures, avec formation d'une phase supplémentaire amorphe, doit nécessiter le passage par l'état liquide.

L'élévation de la vitesse d'impact de  $380$  à  $430\text{m.s}^{-1}$  a permis un gain considérable de diffusion entre les matériaux. Il semble que cela soit la conséquence de la fusion proche de la zone interfaciale. Cette brusque élévation de température peut être la conséquence du passage au comportement hyperplastique des matériaux au-delà de  $380\text{m.s}^{-1}$ . La fusion du cuivre ou l'amorphisation de sa couche d'oxyde détectée dans le cas de la vitesse la plus élevée a permis l'évolution et l'élargissement de cette zone intrerfaciale.

Puisque les durées d'interaction sont très courtes, inférieures à la centaine de nanosecondes, la matière fondue ne doit pas avoir le temps de solidifier le long de l'interface. Sous l'effet de la pression de contact, la majorité de la matière fondue doit par conséquent être éjectée du cratère et remonter sur les bords de la particule.

## 1.3. Bord de particule

### 1.3.1. Impact à $380\text{m.s}^{-1}$

Le bord de la particule, proche de l'interface entre la particule, l'air et le substrat, a été visualisé. Le long de l'interface, sur une distance d'environ  $1,5\mu\text{m}$ , une couche d'oxyde de  $50\text{nm}$  d'épaisseur présentant une structure en aiguilles a été détectée en fond clair (Figure V 14).

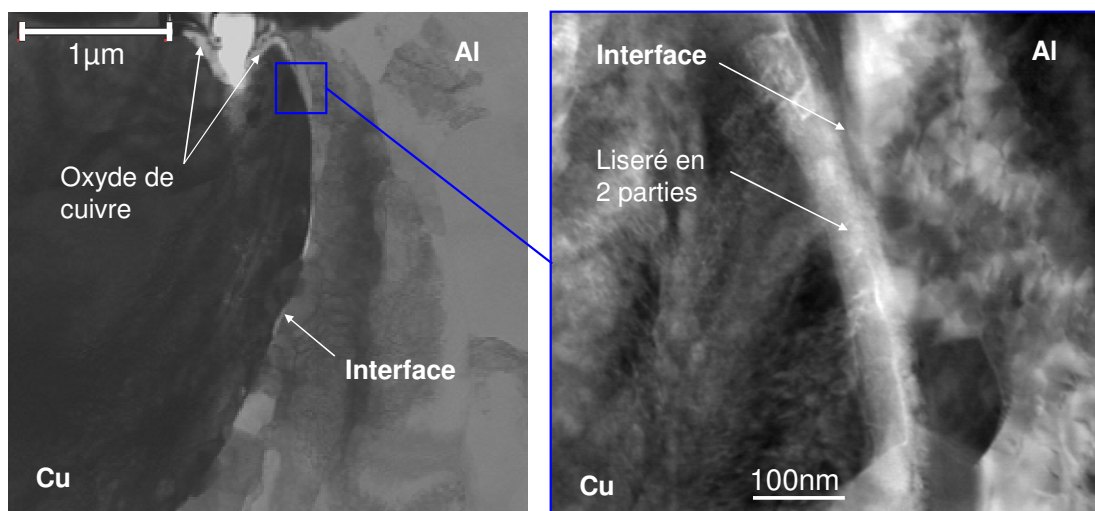


Figure V-14 : Images STEM\* en fond clair de la zone interfaciale, au bord d'une particule projetée à  $380\text{m.s}^{-1}$

La morphologie en pointe du bord de la particule dans cette région souligne la déformation subie par la particule. Dû aux instabilités de cisaillement adiabatique, ce phénomène a provoqué le glissement des grains parallèlement à l'interface. Cette déformation et l'élévation de température qui en résulte n'ont visiblement pas suffi à endommager ou à recristalliser la couche d'oxyde lors du contact, identifiée comme étant du  $\text{CuO}$  proche de l'interface entre le cuivre et l'air. Elle a toutefois permis la diffusion d'atomes d'aluminium qui ont été décelés, à

5% en masse environ, par une analyse chimique par pointés EDX\*. En effet, l'aluminium a certainement diffusé dans l'oxyde de cuivre recristallisé lors du contact avec le substrat. Malgré une température élevée, l'interdiffusion et la formation de composés intermédiaires intermétalliques  $Al_xCu_y$  a dû être freinée par la plus faible pression de contact qui régnait dans cette zone au moment de l'impact.

### 1.3.2. Impact à $430m.s^{-1}$

Sur le bord de la particule, proche de son interface avec l'air et le substrat, en dessous de la couche protectrice de tungstène déposée lors de la préparation des lames par procédé FIB\*, une phase amorphe a été détectée en fond clair (Figure V-15). L'analyse chimique par balayage EDX\* moyennée sur une large zone a permis son identification. Principalement constituée d'aluminium et fortement oxydée, elle s'est avérée polluée par les éléments molybdène, gallium et tungstène utilisés lors de la phase d'élaboration de la lame. En effet, l'implantation de ces éléments lourds s'effectue préférentiellement dans les phases légères et peu structurées, conférant un aspect irradié sous forme de bulles. La détection de cette phase a mis en évidence le phénomène de fusion de matière le long de l'interface. En effet, cette phase représente le résultat de la resolidification par trempe de matière fondue éjectée depuis la zone interfaciale qui s'étend du fond au bord de la particule.

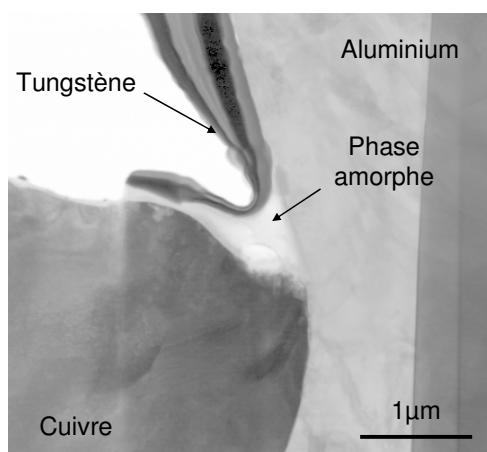


Figure V-15 : Image STEM\* en fond clair de la zone interfaciale, au bord d'une particule projetée à  $430m.s^{-1}$

La superficie occupée par la phase amorphe a été mesurée à l'aide du logiciel de traitement d'images Image J®. Par conservation du volume, l'épaisseur de matière affectée par la fusion puis éjectée sur l'un des bords a ensuite été estimée en considérant le quart du périmètre de la particule, assimilée à une ellipse. Ainsi, une épaisseur de 100nm de matière a été transformée pendant l'impact. De dimension supérieure à celle de la couche d'oxyde initiale, cette phase ne peut être le seul résultat d'une amorphisation à l'état solide des oxydes le long de la zone interfaciale.

### 1.3.3. Impact à $480m.s^{-1}$

Comme pour les vitesses inférieures mais en quantité supérieure, une phase amorphe a été détectée en fond noir, sous la couche protectrice de tungstène (Figure V-16.a et b). La mesure de sa superficie et la conservation du volume ont permis d'estimer l'épaisseur de matière affectée à l'interface à 340nm. Seul le phénomène de fusion le long de l'interface peut aboutir

à une phase amorphe si étendue. Une analyse chimique par profil EDX\* a donc été réalisée dans cette phase afin d'estimer l'évolution de la composition du cuivre entre la particule et le substrat (Figure V-16.c). Les pointés ont été réalisés tous les 200nm avec une taille de sonde de 2nm, sans considérer les éléments lourds implantés lors de la préparation des lames. Le cuivre a diffusé dans la phase amorphe sur une épaisseur supérieure à 2 $\mu$ m. La matière fondue éjectée sur les bords s'est donc solidifiée par trempe, après avoir recouvert la particule.

Sous pression ambiante, la diffusion à l'état liquide du cuivre dans l'aluminium fondu aurait été inhibée par le refroidissement de la phase. Le taux constant de cuivre dans cette phase amorphe, loin de la particule, semble donc trop élevé pour avoir été obtenu par diffusion non forcée. Cette présence peut néanmoins être expliquée par une diffusion favorisée par le maintien sous pression du système par le jet d'azote du procédé cold spray ou par une diffusion du cuivre dans l'aluminium fondu, avant éjection de matière. Le long de l'interface, cette phase a, en effet, pu s'enrichir en cuivre sous l'effet de la température et de la pression de contact.

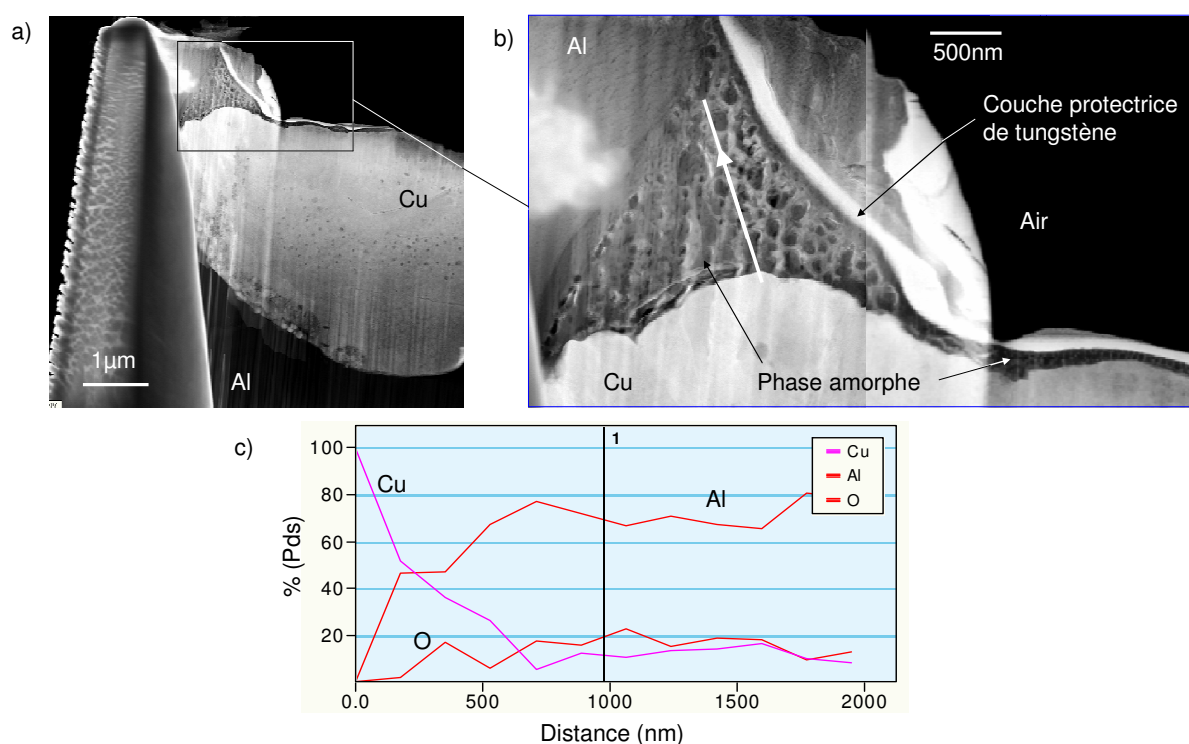


Figure V-16 : a) et b) Images STEM\* en fond noir de la zone interfaciale, au bord d'une particule projetée à 480m.s<sup>-1</sup> et c) analyse chimique par profil EDX\* de la phase amorphe

### 1.3.4. Discussion

Pour l'impact à plus basse vitesse, la faible quantité de phase amorphe détectée sur le bord de la particule en contact avec l'air laisse présager l'amorphisation locale de la couche d'oxyde de cuivre plutôt que la fusion de la matière. En effet, dans le cas contraire, cette dernière aurait été détectable sous forme de phase amorphe riche en aluminium le long de l'interface ou près du bord de la particule, après éjection par la forte pression de contact. L'élévation de la vitesse d'impact et, par conséquent, de l'intensification des grandeurs locales, a favorisé l'apparition de cette phase. La différence de superficie mesurée serait due à la différence de quantité de matière fondue le long de la zone interfaciale. L'épaisseur de quantité affectée par ce phénomène, calculée par traitement d'image, pourrait être modulée par la prise en compte de l'expansion de la matière fondue, i.e. de sa densité. En effet, lors de son éjection sur les bords,

le fluide initialement sous pression se détend certainement. Ainsi, le volume occupé par cette phase rapidement solidifiée pourrait s'avérer légèrement supérieur à celui affecté par la fusion le long de la zone interfaciale.

D'autre part, en recouvrant partiellement le haut de la particule, ce film pourrait en faciliter l'adhérence.

## 1.4. Conclusion

### 1.4.1. Fond de particule

Au fond de la particule, la zone fortement affectée mécaniquement par l'impact dépend de l'énergie cinétique et de la température avant impact de la particule, puisque l'élévation de l'un de ces paramètres fait pénétrer la particule plus profondément dans le substrat. Les observations ont révélé que l'élévation de la vitesse d'impact avait peu influencé l'épaisseur de cette zone. Cette dernière sera donc supposée constante pour une variation de vitesse inférieure à 30%. A même vitesse, l'impact d'une particule plus large devrait affecter le substrat sur une plus grande profondeur.

D'autre part, des profils classiques de diffusion à l'état solide ont été observés sur des épaisseurs croissantes avec la vitesse d'impact. La décohésion de la zone interfaciale après amorphisation des couches d'oxyde et interdiffusion des espèces a révélé l'état de l'adhérence engendrée par ce phénomène. La diffusion à l'état solide sous haute pression et température élevée, sans recristallisation en composés intermédiaires, ne confère pas un meilleur niveau d'adhérence.

La présence d'une certaine épaisseur de couche d'oxyde (supérieure à 30nm) sous forme de structure en aiguilles semble autoriser les échanges métallurgiques en favorisant l'adhérence mécanique locale dans cette zone. L'augmentation de la température du gaz propulseur du procédé cold spray doit permettre un sensible épaissement de cette couche d'oxyde.

### 1.4.2. Zone intermédiaire

Dans la zone qui s'étend du fond au bord de la particule, des nanostructures équiaxes ont été détectées. L'élévation de la vitesse d'impact des particules donc de la température et de la pression de contact le long de l'interface, a permis l'augmentation de leur taille ou l'évolution de leur composition. En contact direct avec le substrat, des grains d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ , intermétallique le moins riche en cuivre, ont été identifiés pour les trois niveaux de vitesse. Leur taille a augmenté avec ce paramètre. La taille, la composition et la structure du reste de l'interphase ont évolué différemment en fonction de la vitesse, mettant ainsi en avant plusieurs phénomènes physico-chimiques:

- Pour les vitesses les plus faibles, la diffusion est intensifiée à l'état solide. Des grains d' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  d'environ 300nm d'épaisseur se forment en vis-à-vis des composés intermédiaires d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

- Pour les vitesses supérieures, la diffusion de l'aluminium est intensifiée par le passage à l'état liquide. La présence d'une interphase amorphe majoritairement constituée d'aluminium oxydé en est la preuve. Elle résulte, en effet, de la solidification de matière fondue qui n'a pas entièrement été éjectée sur les bords (cf. § 1.4.3). Ce phénomène autorise une diffusion telle que la formation d'un composé intermétallique d' $\text{AlCu}$  et d'un composé intermédiaire entre  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}$  soit possible. Cette structure se révèle de plus petite dimension que les grains



d' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  identifiés à vitesse inférieure, 150nm environ, puisque la quantité d'aluminium nécessaire à la formation d'un composé plus riche en aluminium est rapidement apportée.

- Pour les vitesses les plus élevées, l'intensification de la diffusion de l'aluminium par passage à l'état liquide survient comme à vitesse inférieure, autorisant la formation de composés intermétalliques similaires sur des zones et des épaisseurs plus étendues. La diffusion du cuivre est également intensifiée par passage à l'état liquide. La présence d'une deuxième interphase amorphe en contact direct avec la particule en est la preuve. Cette dernière entraîne l'évolution d'une zone non cristallisée et de composition avoisinant celle de l' $\text{AlCu}$  en intermétallique  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  sur une épaisseur de 250nm environ. Elle induit également celle d'une zone non cristallisée et de composition avoisinant celle de d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  en intermétallique  $\text{AlCu}$ .

### 1.4.3. Bord de particule

L'augmentation de la vitesse d'impact, par conséquent l'intensification des grandeurs locales, a favorisé l'éjection de matière fondue qui a recouvert en partie la particule et s'est resolidifiée sous forme de phase amorphe par trempe à l'air. La mesure par traitement d'images de la surface occupée par cette phase a permis l'estimation de l'épaisseur de matière affectée par la fusion le long de la zone interfaciale s'étendant du fond au bord de la particule. Nulle pour les basses vitesses et de l'ordre de 100 et de 340nm en moyenne pour les vitesses plus élevées, ces épaisseurs dénotent une quantité de matière de plus en plus élevée avec les variations extrêmes de température et de pression de contact. Elles mettent également en évidence une modification des phénomènes physico-chimiques responsables de l'interaction et de l'adhérence entre la particule et le substrat.

## 2. INFLUENCE DU DIAMETRE DE PARTICULE

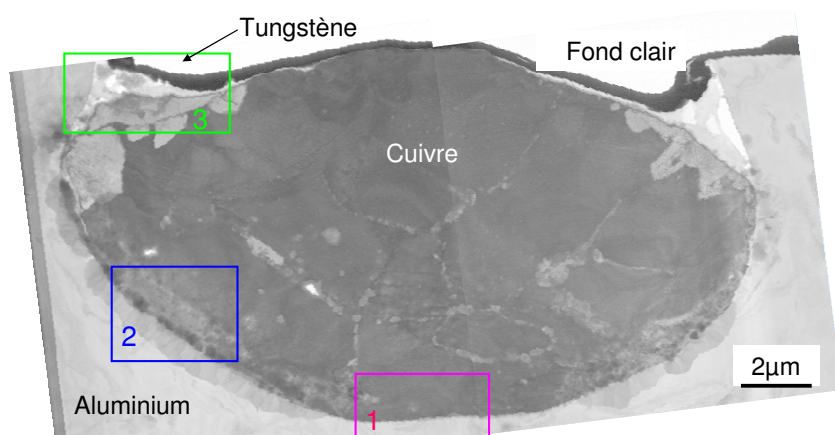


Figure V-17 : Image STEM\* en fond clair d'une coupe de particule de 20µm de diamètre après impact à 410m.s<sup>-1</sup>

Les zones interfaciales créées par une particule de 20µm de diamètre projetée sur le substrat à environ 415m.s<sup>-1</sup> ont été observées et analysées afin de retrouver les phénomènes physiques, précédemment détectés (cf. § 1), survenus pendant l'impact. Ainsi, l'effet du diamètre des particules sur l'origine et le développement de ces phénomènes pourra être évalué. Pour cela, une lame mince de particule entière découpée selon son diamètre a été réalisées à l'aide du procédé FIB\* puis visualisée par microscopie électronique par transmission en mode balayage STEM\* (cf. Chapitre 2, § 3.1.5). Les trois zones précédemment analysées en fonction de la vitesse d'impact (cf. § 1) et prédites par les simulations numériques (cf. Chapitre 4, § 1.3) ont



été observées puis comparées en fonction du diamètre des particules, pour des vitesses d'impact similaires.

Comme pour les particules plus fines, l'analyse de cette lame en fond clair a révélé, le long de l'interface, trois zones dans lesquelles les phénomènes à l'impact furent différents (Figure V-17).

## 2.1. Fond de particule

Les grains du substrat fortement déformés dans la zone située au fond de la particule ont été observés en fond clair sur une bande d'épaisseur supérieure à  $2,5\mu\text{m}$ . La forte augmentation d'énergie cinétique engendrée par celle du diamètre de la particule a donc provoqué l'élargissement de la couche affectée par l'impact. Celle-ci avait, en effet, été estimée à environ  $1,5\mu\text{m}$  pour les particules de  $10\mu\text{m}$  de diamètre ayant impacté dans cette gamme de vitesses.

Une analyse chimique par profil EDX\* a de plus été menée à travers la zone interfaciale entre la particule et le substrat afin d'estimer la longueur de diffusion (Figure V-18.a et b). Les pointés ont été réalisés tous les  $10\text{nm}$  sur une distance de  $1,7\mu\text{m}$ , avec une sonde de  $2\text{nm}$ .

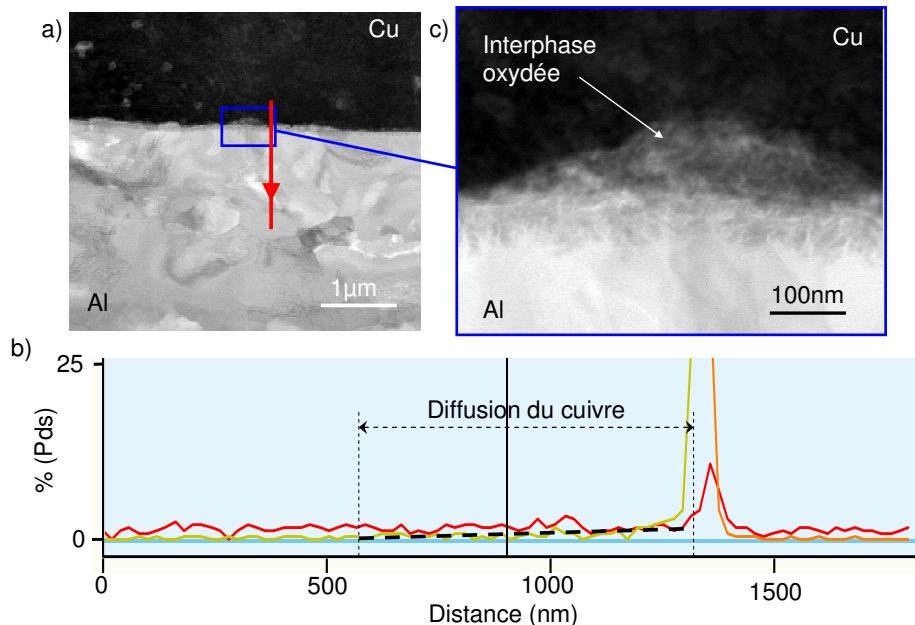


Figure V-18 : a) et c) Images STEM\* en fond clair de la zone interfaciale, au fond de la particule projetée à  $380\text{m.s}^{-1}$  et b) analyse par profil EDX\* à travers l'interface b)

Comme pour les particules de  $10\mu\text{m}$  de diamètre projetées à ce niveau de vitesse, les atomes de cuivre ont diffusé dans l'aluminium à travers la couche d'oxyde sur une épaisseur d'environ  $700\text{nm}$ . L'épaisseur de la couche d'oxyde détectable dans cette zone interfaciale a été estimée à  $70\text{nm}$  en moyenne. Elle s'est présentée sous la forme d'une structure en aiguilles (Figure V-18.c). La conservation de cette structure a donc privilégié le contact permanent entre la particule et le substrat et ainsi favorisé l'interdiffusion.

L'augmentation du diamètre de la particule a provoqué une élévation légère du temps d'interaction et de la température dans cette zone. En revanche, la pression de contact, qui dépend essentiellement de la vitesse d'impact, n'a quasiment pas évolué par rapport aux particules plus fines. La comparaison des profondeurs de diffusion entre deux particules de  $10$  et  $20\mu\text{m}$  de diamètre ayant impacté à des vitesses similaires a par conséquent indiqué le caractère prépondérant de la pression de contact pour favoriser la diffusion à l'état solide dans cette zone.

## 2.2. Zone intermédiaire

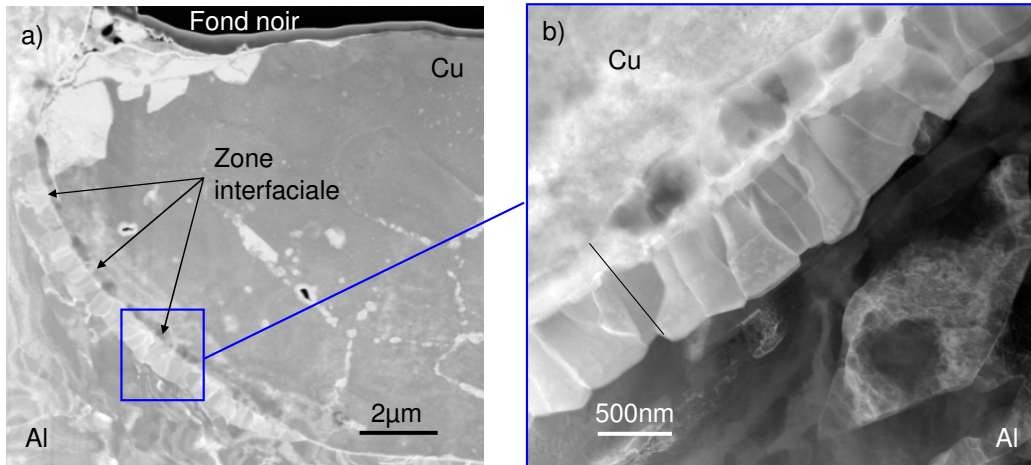


Figure V-19 : Images STEM\* en fond noir de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule de 20μm de diamètre projetée à 410m.s<sup>-1</sup>

L'intégralité de cette zone s'est révélée recrystallisée en phases intermédiaires sous forme de nanograins équiaxes (Figure V-19.a). Cette zone interfaciale homogène présente, de plus, une épaisseur comprise entre 800 et 1200nm et semble constituée de trois composés de 400, 70 et 800nm d'épaisseur. La morphologie, le long de l'interface, du front de recrystallisation en composés intermédiaire s'est révélée être en vaguelettes (Figure V-19.b). Ainsi, les amas semi-circulaires qui apparaissent localement le long de l'interface dans le cas des particules de 10μm de diamètre, se seraient développés pour couvrir une surface plus étendue, jusqu'à se rencontrer.

Une analyse chimique par profil EDX\* a été menée à travers la zone interfaciale sur une longueur de 1,5μm afin d'identifier les composés détectés en fond noir (Figure V-20.a). Les pointés ont été réalisés tous les 10nm avec une sonde de 2nm. Cela a permis de confirmer la présence des phases intermétalliques recrystallisées et faiblement oxydées. Des paliers correspondants aux phases d'AlCu<sub>4</sub> et d'Al<sub>2</sub>Cu ont été marqués (Figure V-20.b). La présence des phases d'Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> et d'AlCu a été révélée par des paliers moins prononcés puis confirmée par des changements de contraste lors de l'observation en STEM\* fond noir (Figure V-20.a).

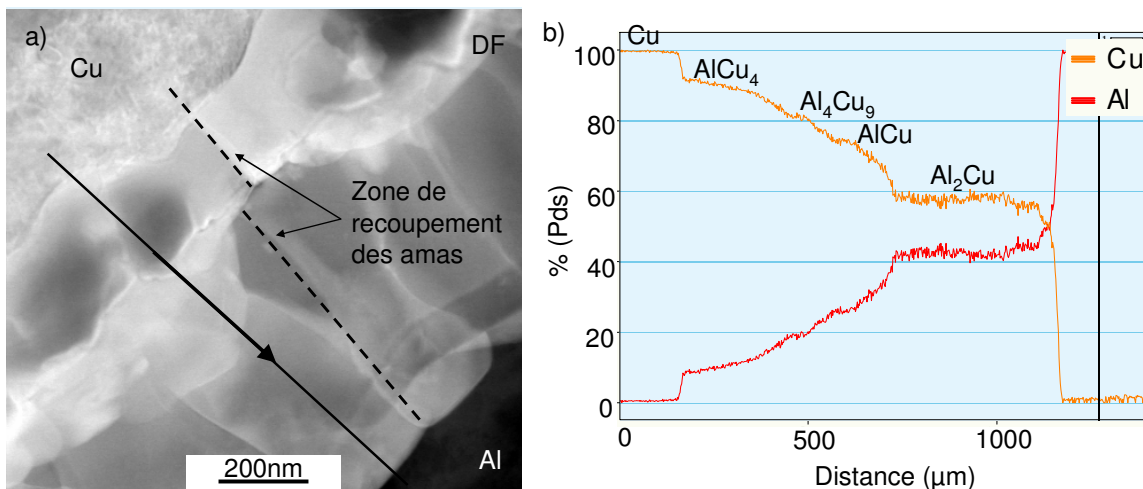


Figure V-20 : a) Image STEM\* en fond noir des nanostructures, dans la zone intermédiaire, d'une particule de 20μm de diamètre ayant impacté à 410m.s<sup>-1</sup> et b) analyse chimique par profil EDX\*

Malgré une vitesse inférieure, les phénomènes visualisés ici se sont révélés plus développés que ceux observés dans le cas de la particule de 10 $\mu\text{m}$  ayant impacté à environ 480 $\text{m.s}^{-1}$ . En effet, une zone plus longue, de composition proche de celle de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et non cristallisée, a été transformée en intermétallique  $\text{AlCu}$  après apport de cuivre par diffusion à travers la zone interfaciale. L'épaisseur de cette phase d' $\text{AlCu}$  a ainsi augmenté de 50 à 100nm. Une partie de la zone de composition égale à celle de l' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  et non cristallisée a également évolué en intermétallique  $\text{AlCu}_4$  après diffusion de cuivre à partir de la particule.

L'accroissement du diamètre de particule a permis une élévation de la durée d'interaction et de la température maximale atteinte le long de l'interface. La différence de pression de contact annoncée par la simulation numérique a donc été compensée. La projection de particules plus larges permet la réduction de la vitesse d'impact nécessaire à l'apparition de phénomènes physico-chimiques donnés.

Lors de cet impact, l'intensité de la diffusion normale à l'interface est suffisante pour permettre, lors du refroidissement rapide, la cristallisation d'intermétalliques. Jusqu'à la fin de cette cristallisation, la diffusion bidimensionnelle de la matière doit également jouer un rôle significatif. Elle doit être la cause de la morphologie semi-circulaire et cyclique des amas d'intermétalliques. Les zones de rencontre, que l'on nommera « fronts de recoupement », sont ainsi privées de la matière nécessaire à la création des phases centrales  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  (Figure V-21).

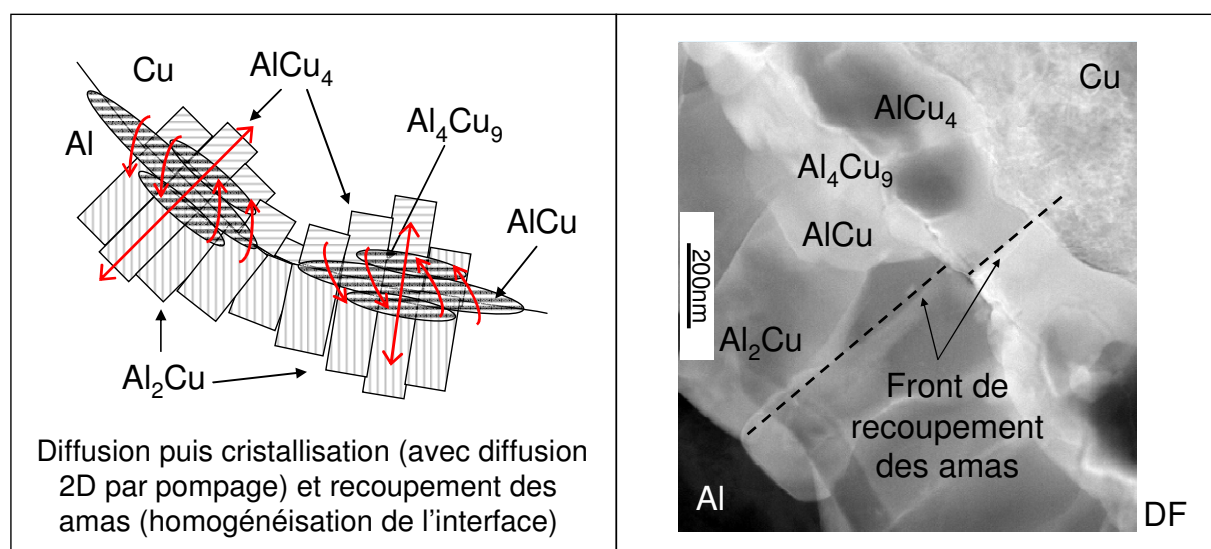


Figure V-21 : Schéma récapitulatif de l'évolution des phénomènes de la zone intermédiaire, le long de l'interface d'une particule de 20 $\mu\text{m}$  de diamètre projetée à 410 $\text{m.s}^{-1}$

### 2.3. Bord de particule

Comme pour particules de 10 $\mu\text{m}$  ayant subi l'impact avec la plus faible vitesse, une structure en aiguilles a été détectée en fond clair proche du bord de la particule, après la zone de recristallisation sous forme de nanograins des composés intermédiaires (Figure V-22.a et b).

Des analyses chimiques par profil EDX\* à travers la zone interfaciale, par pas de 10nm, ont révélé une forte interdiffusion du cuivre et de l'aluminium (Figure V-22.c et d). Cette interaction a certainement été favorisée par l'élévation de l'intensification des paramètres locaux par augmentation du diamètre de la particule. Les cassures de pente des profils,

précurseurs de l'établissement de paliers, ont mis en évidence le début d'une cristallisation sous la forme des composés intermédiaires métastables  $\text{Al}_x\text{Cu}_y$ . Cela peut donc constituer la première étape de la formation d'un amas d'intermétalliques dont le croisement contribue à l'homogénéisation de la couche continue le long de l'interface. Ces profils indiquent, d'autre part, que les premiers grains intermétalliques pourraient se former alternativement de part et d'autre de l'interface initiale ou de manière plus aléatoire. Dans le cuivre, les zones proches d'un grain d' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ , présentent, par exemple, un déficit en aluminium. Ce gradient de composition pourrait alors avoir une incidence sur la position du grain d' $\text{Al}_2\text{Cu}$ , de l'autre côté de l'interface.

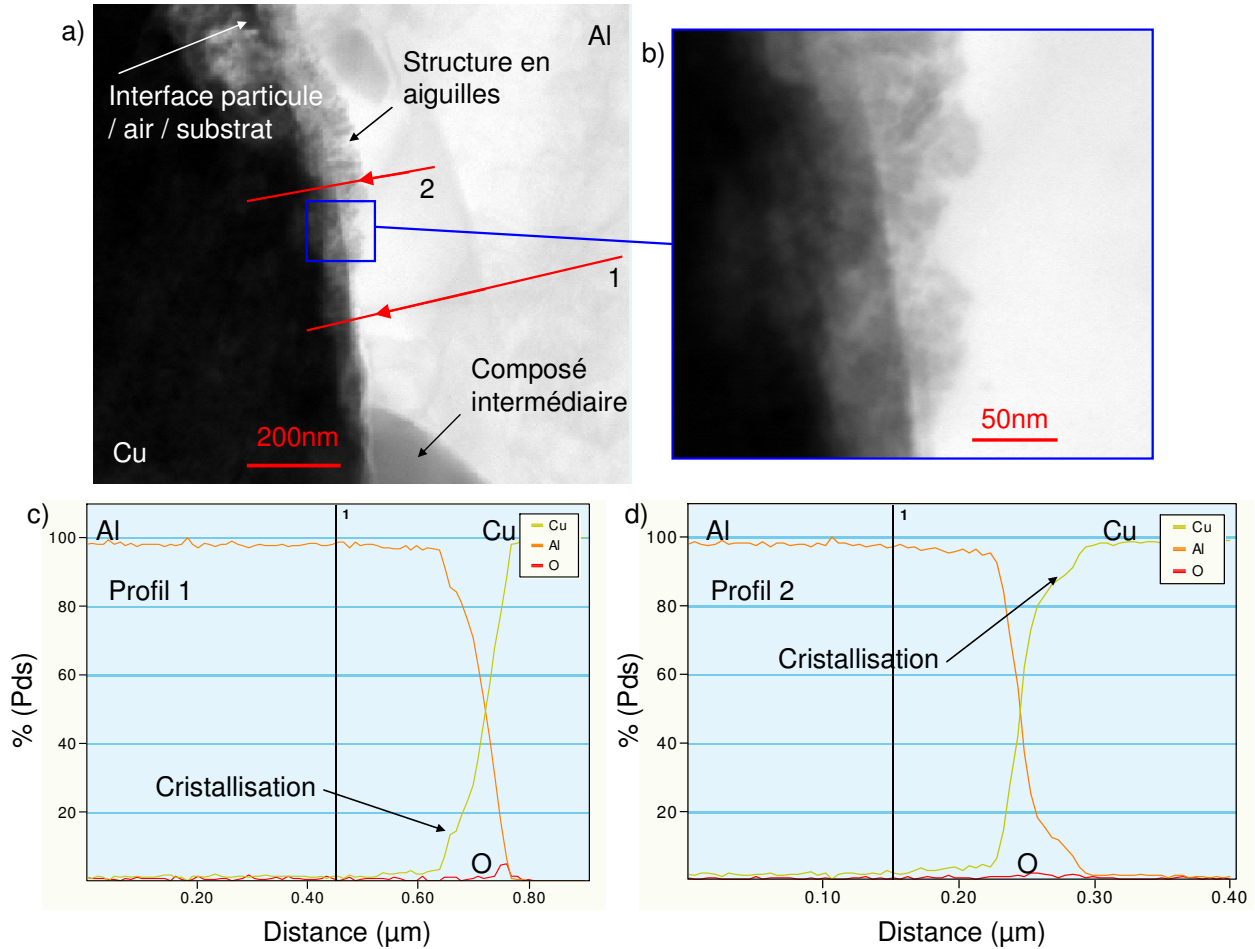


Figure V-22 : a) et b) Images STEM\* en fond clair de la zone interfaciale, au bord d'une particule de 20µm de diamètre ayant impacté à 410m.s<sup>-1</sup> et c) et d) analyse chimique par profil EDX\*

Quelques centaines de nanomètres au dessus, à l'interface entre la particule, l'air et le substrat, une large zone constituée de phase amorphe a été détectée en fond clair (Figure V-23). Fortement oxydée et majoritairement composée d'aluminium, cette phase a résulté de l'éjection de matière fondue le long de l'interface, recouvrant ainsi une partie du haut de la particule. Très fine et non structurée, cette phase s'est également révélée fortement polluée par l'implantation de molybdène, de tungstène et de gallium, comme pour les particules de 10µm. Cette pollution est la conséquence de la préparation de la lame mince par le procédé FIB\*.

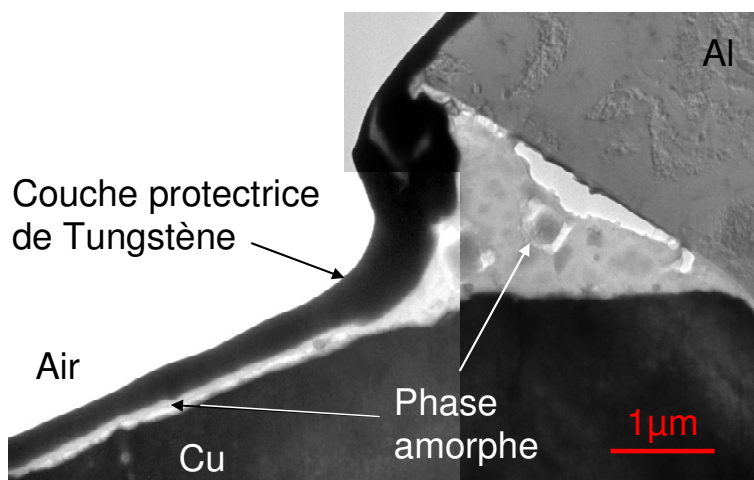


Figure V-23 : Image STEM\* en fond clair de la phase amorphe, au bord d'une particule de 20µm de diamètre projetée à 410m.s<sup>-1</sup>

Comme pour les particules de 10µm de diamètre, la superficie de la phase amorphe a été mesurée à l'aide du logiciel de traitement d'images Image J®. Par conservation du volume, l'épaisseur de matière affectée par la fusion puis éjectée sur vers le bord a ensuite été déduite en considérant le quart du périmètre assimilée à une ellipse. Ainsi, une épaisseur de matière de 320nm affectée par la fusion a été estimée dans le cas des particules de 20µm de diamètre présentant une vitesse d'impact de l'ordre de 415m.s<sup>-1</sup>. Cette quantité est comparable à celle obtenue précédemment, pour les particules de 10µm avec impact à environ 480m.s<sup>-1</sup>. Là encore, l'augmentation du diamètre permet la réduction de la vitesse d'impact pour l'apparition de phénomènes physico-chimiques donnés.

Le refroidissement de la zone interfaciale d'une particule de 20µm de diamètre est plus lent que celui d'une particule plus fine puisque sa distance à la surface libre est plus grande. De plus, la température y est plus homogène et le temps d'interaction plus long. La quantité de matière fondue et, par conséquent, éjectée, doit alors être plus grande. Cette différence pourrait être expliquée par la plus faible pression de contact qui règne pour les particules à vitesse d'impact inférieure. Partiellement conservée le long de la zone interfaciale, la phase amorphe servirait à nourrir les phases intermédiaires et tendrait à les faire se développer de manière plus homogène le long de la zone intermédiaire.

## 2.4. Conclusion

A diamètre constant, les phénomènes diffèrent selon la vitesse d'impact (cf. § 1). A vitesse d'impact similaire, l'élévation du diamètre de la particule rallonge le temps d'interaction, augmente la température de la zone interfaciale et diminue sa vitesse de refroidissement en conservant la pression de contact au fond de la particule (cf. Chapitre 4, § 1.3). Les observations d'une particule de 20µm de diamètre avec impact sur le substrat à environ 415m.s<sup>-1</sup> ont révélé que, dans certaines zones, l'augmentation du diamètre permettait des phénomènes physico-chimiques à des vitesses d'impact moindres :

- Au fond de la particule, la pression de contact s'est révélé être le paramètre prépondérant pour la diffusion à l'état solide qui s'y opère. La modification du diamètre de particule n'influence donc pas de manière significative l'épaisseur de diffusion.

- Dans la « zone intermédiaire », qui s'étend du fond au bord de la particule, la zone interfaciale composée d'intermétalliques plus développés se présente plus épaisse et étendue



que pour les particules plus fines. Les amas semi-circulaires générés se rejoignent alors pour former une couche homogène.

- La phase amorphe est présente à l'interface entre la particule, l'air et le substrat. De quantité équivalente à celle des particules plus fines avec impact à vitesse supérieure, elle résulte de la resolidification par trempe à l'air de matière fondue le long de l'interface. Ce phénomène ne survenait pas de manière si prononcée pour les particules de  $10\mu\text{m}$  de diamètre dans cette gamme de vitesse.

### 3. INFLUENCE DE LA NATURE DU SUBSTRAT

Les zones interfaciales créées par une particule de  $16\mu\text{m}$  de diamètre étant entrée en collision avec un substrat d'aluminium 2017 à environ  $380\text{m.s}^{-1}$  ont été observées et analysées afin de retrouver les phénomènes physiques, précédemment détectés (cf. § 1), survenus pendant l'impact. Ainsi, l'effet de la nature du substrat sur l'origine et le développement de ces phénomènes pourra être estimé. Pour cela, une lame mince de particule entière découpée selon son diamètre a été réalisée par FIB\* puis visualisée par microscopie électronique par transmission MET\* (cf. Chapitre 2, § 5.1.3). Les trois zones précédemment analysées en fonction de la vitesse d'impact (cf. § 1) et prédites par les simulations numériques (cf. Chapitre 4, § 1.4) ont été observées puis comparées à celles détectées dans le cas d'un substrat d'aluminium pur, pour des vitesses d'impact similaires. Comme pour les particules précédentes, l'analyse de cette lame a révélé, le long de l'interface, trois zones dans lesquelles les phénomènes survenus lors de l'impact furent différents (Figure V-24).

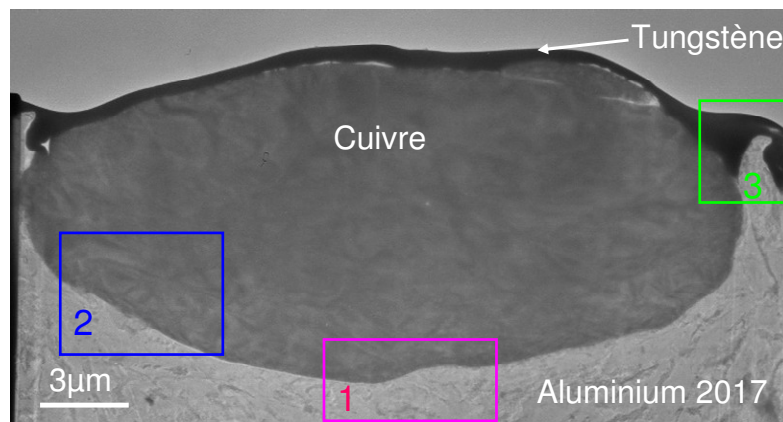


Figure V-24 : Image en transmission en fond clair d'une coupe de particule de  $16\mu\text{m}$  de diamètre impactée un substrat d'Al 2017 à  $380\text{m.s}^{-1}$

#### 3.1. Fond de particule

Près du fond de la particule, les simulations numériques annonçaient une pression de contact bien plus intense et une température plus élevée que dans le cas d'un substrat d'aluminium pur (cf. Chapitre 4, § 1.4). Cela laissait présager une interaction métallurgique plus développée dans cette zone. Une analyse en contraste de numéro atomique a permis de déceler la présence de grains de 100 à 200nm d'épaisseur, en plus des interfaces sans recristallisation (Figure V-25). Des pointés EDX\*, réalisés sur plusieurs d'entre eux, ont permis de les identifier comme étant des intermétalliques  $\text{Al}_2\text{Cu}$  puis l'évolution des profils de diffusion à travers l'interface autour de ces grains a été analysée.

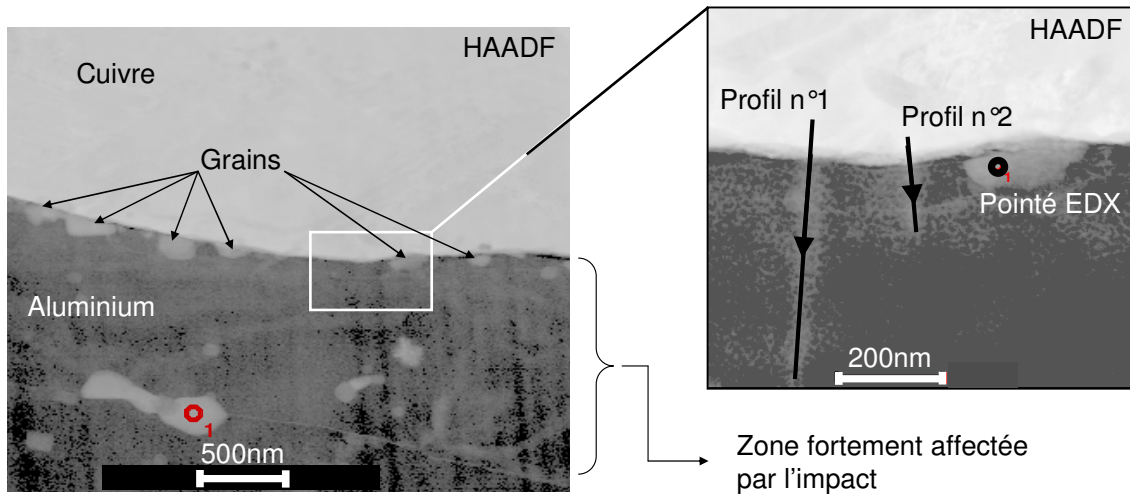


Figure V-25 : Images STEM\* en contraste chimique de l'interphase au fond d'une particule de 16µm de diamètre projetée sur un substrat d'Al 2017 à 380m.s<sup>-1</sup>

Des mesures de la composition chimique par profils EDX\* ont donc été effectuées (Figure V-26). Les pointés ont été réalisés perpendiculairement à l'interface avec une taille de sonde de 2nm : tous les 10nm sur une ligne de 1µm pour le profil n°1, et tous les 2nm sur une ligne de 200nm pour le profil n°2. A 100 comme à 300nm des grains d'Al<sub>2</sub>Cu, l'interface a présenté un profil classique de diffusion, sur une distance bien supérieure au micron. Dans ces zones, les pourcentages massiques de cuivre et d'aluminium sont supérieurs à 5% sur une épaisseur de 40nm. La diffusion a donc été moins intense qu'à l'endroit où le nanograin est apparu. Ce phénomène aurait été défavorisé par la présence de la couche d'oxyde de 40nm d'épaisseur ou par la diffusion bidimensionnelle nécessaire à la formation du grain avoisinant.

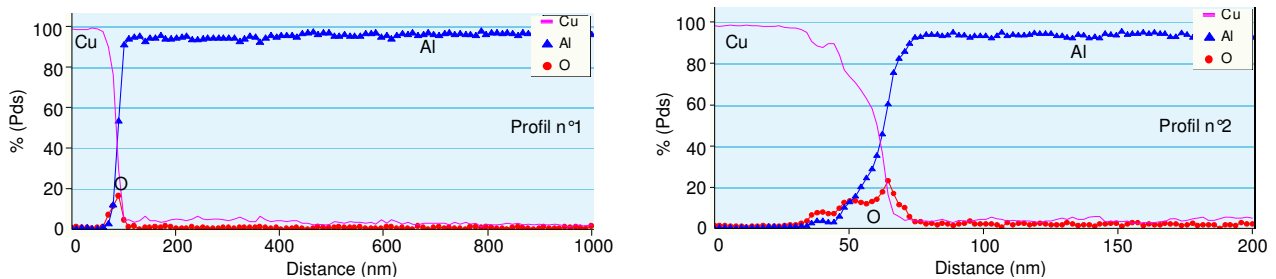


Figure V-26 : Analyses chimiques par profil EDX\* réalisés à travers l'interface, au sein des nanostructures

D'autre part, la profondeur de substrat fortement affecté mécaniquement par l'impact, estimée à 900nm, s'est révélée légèrement inférieure à celle mesurée pour les particules projetées sur un substrat d'aluminium pur. Les grains de l'alliage 2017 sont en effet moins déformables. En revanche, ces derniers ont subi un chargement thermique plus intense, responsable de la diffusion et de la recristallisation observées dans cette zone.

### 3.2. Zone intermédiaire

Dans cette zone, comme au fond de la particule, les simulations numériques avaient prédit des intensités de grandeurs locales bien plus élevées que dans le cas d'un substrat d'aluminium pur (cf. Chapitre 4, § 1.4). Cela laissait présager une interaction métallurgique plus développée dans cette zone. Des observations à fine échelle en contraste de numéro atomique et en fond noir ont permis de détecter une zone interfaciale identique à celle observée dans le cas de particules de cuivre de 10µm de diamètre impact à 430m.s<sup>-1</sup> un substrat d'aluminium pur

(Figure V-27.a). Des analyses chimiques par pointés EDX\* ont été réalisées au sein des différentes structures afin de les identifier. En contact direct avec l'aluminium 2017, des grains equiaxiaux d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  de 500nm d'épaisseur se sont développés. Côté particule, des nanostructures d' $\text{AlCu}$  de 150nm d'épaisseur se sont formées. L'interphase s'est révélée déstructurée, fortement oxydée, et riche en cuivre et aluminium. Le long de l'interface, une couche d'environ 50nm d'épaisseur a été détectée en fond noir (Figure V-27.b). Invisible en contraste de numéro atomique, elle devait présenter une composition proche de celle du cuivre.

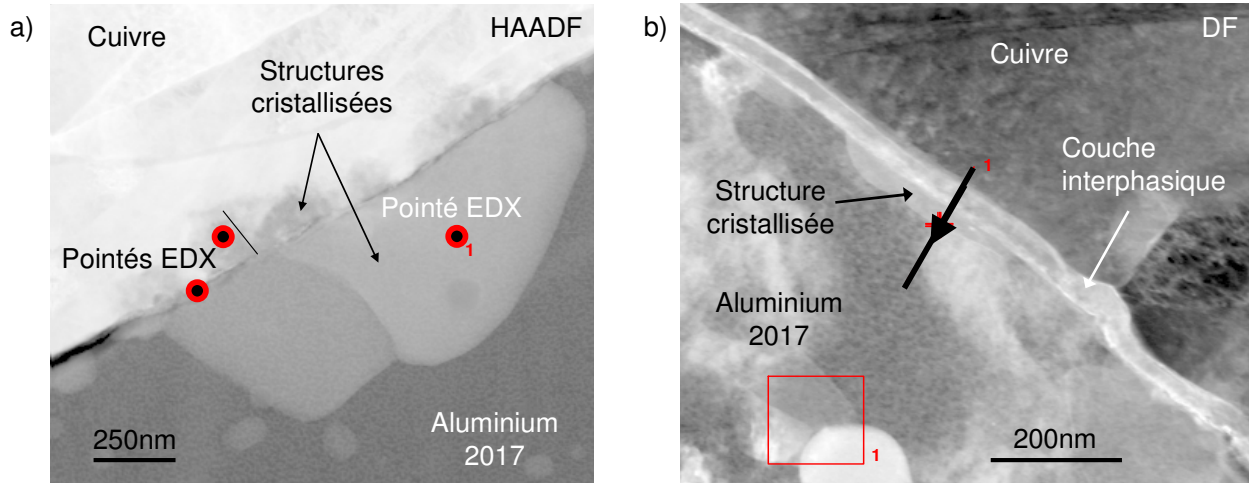


Figure V-27 : Images STEM\* en contraste chimique a) et en fond noir b) de la zone interfaciale, dans la zone intermédiaire, d'une particule de 16 $\mu\text{m}$  de diamètre ayant impacté un substrat d'Al 2017 à 380m.s<sup>-1</sup>

Afin de s'en assurer, une analyse chimique par profil EDX\* à travers cette zone interfaciale a été réalisée afin d'identifier la composition des nanograins (Figure V-28.a). Les pointés ont été réalisés tous les 5nm sur une ligne de 250nm perpendiculaire à l'interface avec une sonde de 2nm. Les phases  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}$  précédemment identifiées ont été retrouvées. D'une épaisseur de 40nm dans la zone considérée, la couche présentait une composition proche de celle du  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Des observations à fine échelle ont permis de mettre en évidence sa structure en aiguilles, caractéristique de l'oxyde de cuivre (Figure V-28.b).

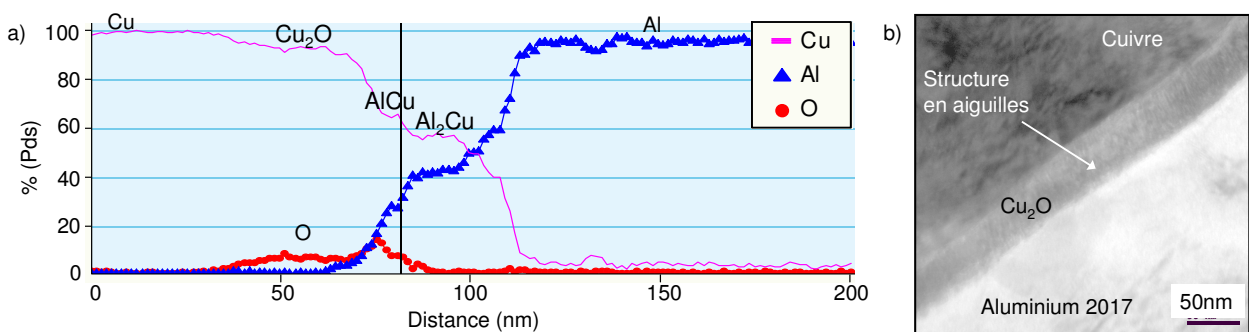


Figure V-28 : a) Analyse par profil EDX\* à travers la zone interfaciale et b) image STEM\* en fond noir, dans la zone intermédiaire, d'une particule de 16 $\mu\text{m}$  de diamètre projetée sur un substrat d'Al 2017 à 380m.s<sup>-1</sup>

### 3.3. Bord de particule

Contrairement aux particules qui ont présenté une zone interfaciale similaire, aucune phase amorphe n'a été détectée sur les bords de la particule (Figure V-29). Celle-ci aurait été le résultat de la solidification par trempe de matière fondue éjectée, depuis la zone intermédiaire, par une pression de contact importante le long de l'interface.



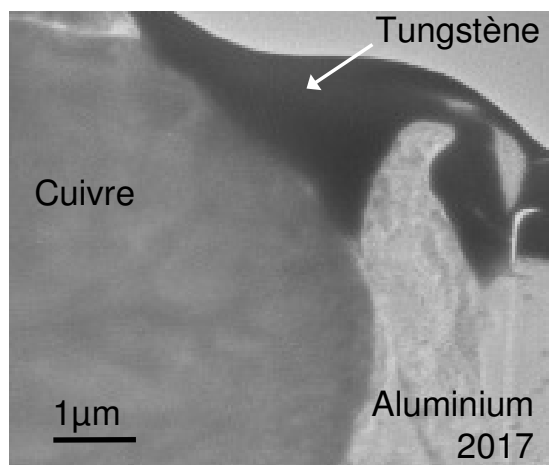


Figure V-29 : Image STEM en fond clair de la zone interfaciale, au bord d'une particule ayant impacté un substrat d'Al 2017 à  $430\text{m.s}^{-1}$

Le point de fusion de l'aluminium 2017 est plus bas que celui de l'aluminium pur. Le passage par l'état liquide aurait dû, par conséquent, être visualisable. Toutefois, la pression de contact, plus intense que pour l'aluminium pur, et la faible profondeur de pénétration pourraient être responsables de l'éjection lointaine de cette phase liquide. Parcourant une distance plus courte le long de l'interface et étant propulsée plus rapidement vers les bords, la matière fondue a dû aboutir à la surface du substrat plutôt que de se solidifier à l'interface entre la particule, l'air et le substrat.

### 3.4. Conclusion

Les phénomènes physico-chimiques survenus le long de l'interface durant l'impact du cuivre sur l'aluminium 2017 se sont révélés identiques à ceux observés avec un substrat d'aluminium pur. Des profils classiques de diffusion à l'état solide et la formation de composés intermédiaires intermétalliques ont été détectés. Les compositions de ces derniers ont d'ailleurs révélé une probable fusion au sein de la zone intermédiaire bien qu'aucune phase amorphe n'ait été détectée à l'interface entre la particule, l'air et le substrat. L'intense pression et la faible profondeur de pénétration ont néanmoins pu être responsables de l'éjection liquide loin de la zone d'impact.

L'analyse de particule de  $16\mu\text{m}$  de diamètre projetée sur le substrat d'aluminium 2017 à environ  $380\text{m.s}^{-1}$  a mis en évidence l'amélioration des interactions métallurgiques le long de l'interface. En effet, à vitesse donnée, dans la zone intermédiaire, l'élévation de la température et de la pression de contact a permis l'obtention d'une zone interfaciale qui avait été générée, pour un substrat d'aluminium pur, avec une vitesse d'impact d'environ  $430\text{m.s}^{-1}$ . De plus, en fond de particule, la formation de nanograins d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  a dévoilé une plus intense interaction entre les matériaux.

Puisque les phénomènes physiques se sont révélés de nature similaire à ceux analysés dans le cas du substrat d'aluminium pur, l'utilisation de l'alliage d'aluminium Al2017 est bien représentative du couple Cu/Al. Dans la suite de ce chapitre, cet alliage servira de cible pour l'étude de l'influence de la température de préchauffage des matériaux sur l'apparition des phénomènes aux interfaces. Celle-ci sera donc menée par l'analyse d'écailles de cuivre préalablement chauffées et projetées à vitesse donnée.

## 4. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE PRECHAUFFAGE

Afin de comprendre l'influence de la température de préchauffage sur les phénomènes qui se produisent à l'interface, des écailles d'environ  $20\mu\text{m}$  d'épaisseur projetées à  $410\text{m.s}^{-1}$  ont été visualisées. Cette vitesse a été déterminée expérimentalement via le système d'interférométrie laser VISAR\* (cf. Chapitre 3, § 2.1.1). L'alliage d'aluminium Al2017 a été utilisé pour cible puisque celui-ci limite l'ancrage du projectile (cf. Chapitre 4, § 2.2) et évite ainsi le développement des phénomènes métallurgiques en milieu confiné, i.e. s'accompagnant d'une forte élévation de la température locale. De plus, il a été montré que les interactions physico-chimiques à l'interface sont représentatives du couple Cu/Al (cf. § 3). Trois températures de préchauffage, 20, 200 et  $400^\circ\text{C}$  ont été choisies afin que les températures locales atteintes le long de l'interface ne présentent pas de plage de recouvrement (cf. Chapitre 4, § 2.2). Ainsi, l'apparition de phénomènes donnés pourra être associée à des gammes de température. Pour cela, des observations par Microscopie Electronique à Balayage et par Transmission ont été réalisées.

### 4.1. Préchauffage à $20^\circ\text{C}$

Macroscopiquement, l'écaille de cuivre projetée sur le substrat d'Al2017 à  $410\text{m.s}^{-1}$  avec une température de préchauffage de  $20^\circ\text{C}$  s'est révélée adhérente. Cependant, les observations menées à plus fine échelle révèlent un décollement tout le long de l'interface (Figure V-30). Les interactions métallurgiques susceptibles de se produire dans ces conditions ne sont donc pas suffisantes pour conférer à l'interface une adhérence permettant de résister au rebond de l'écaille et au différentiel de vitesse tangentielle prédit par la simulation numérique (cf. Chapitre 4, § 2.2).

Aucune interdiffusion n'a été détectée lors des analyses de la composition chimique du substrat réalisées par Microanalyse X (cf. Chapitre 2, § 3.1.3) perpendiculairement à l'interface, tous les microns, avec une poire d'interaction d'environ  $1\mu\text{m}$ . Ainsi, il a été mis en évidence que le phénomène majeur responsable du maintien de cette écaille sur le substrat, dans ces conditions d'impact, est l'ancrage mécanique local.

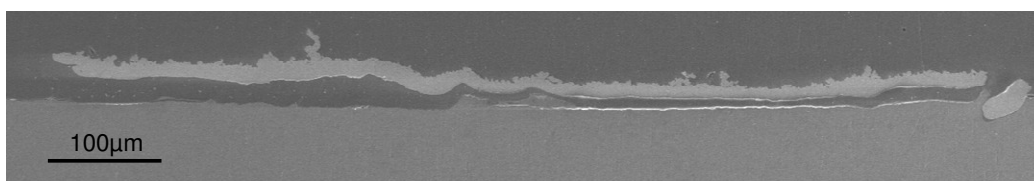


Figure V-30 : Vue en coupe de l'écaille de cuivre écrasée sur le substrat d'Al2017, pour une vitesse d'impact de  $410\text{m.s}^{-1}$  et un préchauffage de  $20^\circ\text{C}$

Les observations et les analyses n'ont révélé ni diffusion ni présence d'intermétalliques le long de l'interface. D'ailleurs, les simulations numériques correspondant à cet essai prédisaient, malgré de hautes pressions de contact, une température interfaciale inférieure à  $70^\circ\text{C}$  (cf. Chapitre 4, § 2.2). Il est donc justifié de penser que les interactions physico-chimiques ne se développent effectivement pas dans ces conditions ; le procédé s'apparente alors à de la compression dynamique à froid. Pour détecter une éventuelle interdiffusion sur des distances largement inférieures au micron, une lame mince de l'interface, localisée côté substrat, devrait être réalisée. Si une telle interaction était détectée, cela indiquerait que la diffusion sans formation de composé intermétallique n'est pas suffisante pour conférer une adhérence convenable. Ce résultat corroborerait alors celui mis en évidence dans le cas du procédé cold spray, au fond des particules (cf. § 1.1.2).

## 4.2. Préchauffage à 200°C

L'écaille de cuivre avec impact sur le substrat d'Al2017 à  $410\text{m.s}^{-1}$  et avec une température de préchauffage de 200°C s'est, elle aussi, révélée macroscopiquement adhérente. Les observations menées à plus fine échelle révèlent, là encore, un décollement sur la quasi-totalité de l'interface. Néanmoins, quelques zones toujours adhérentes peuvent localement être détectées (Figure V-31.a). Les interactions métallurgiques qui se produisent durant l'impact commencent donc à conférer à l'interface une adhérence suffisante pour contrer le rebond de l'écaille.

Contrairement au cas de l'écaille préchauffée à 20°C, des grains susceptibles de correspondre à des phases intermétalliques sont décelés (Figure V-31.b). Des analyses de la composition chimique du substrat ont alors été réalisées par Microanalyse X (cf. Chapitre 2, § 3.1.3) dans ces parties adhérentes. Des zones de diffusion de plusieurs microns ont été détectées mais la taille de la sonde n'a pas permis de révéler ni d'identifier les nanograins observés. Les mêmes analyses, qui ont été menées dans les parties décollées, côté substrat, ont mis en évidence des profondeurs de diffusion similaires. L'apparition de composés intermétalliques est donc indispensable à une adhérence locale convenable.

Ainsi, il a été montré qu'autour de 200°C, une large diffusion, avec formation éventuelle de grains nanocristallisés de petites dimensions, complétait le phénomène d'ancrage mécanique local afin de favoriser l'adhérence de l'écaille sur le substrat.

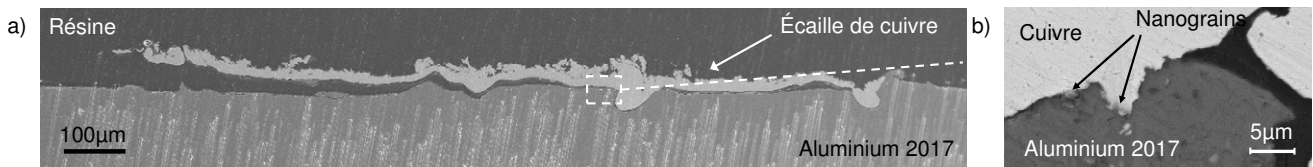


Figure V-31 : a) et b) Vues en coupe de l'écaille de cuivre écrasée sur le substrat d'Al2017, pour une vitesse d'impact de  $410\text{m.s}^{-1}$  et un préchauffage de 200°C

Les analyses menées ont révélé une large diffusion et les observations, la présence de phases intermétalliques de petites dimensions. Par ailleurs, les simulations numériques correspondantes à cet essai prédisaient, outre de hautes pressions de contact, une température interfaciale comprise entre 200 et 280°C (cf. Chapitre 4, § 2.2). Il est donc justifié de penser que ces phénomènes physico-chimiques commencent effectivement à se développer dans ces conditions. D'ailleurs, dans des conditions similaires de pression et de température, des nanograins ont été mis en évidence le long de l'interface des particules projetées par cold spray (cf. § 2.2). Cet essai d'écaillage par choc laser s'apparente donc à une simulation expérimentale du procédé cold spray, bien que les phénomènes interfaciaux soient peu développés.

Afin d'analyser précisément les nanostructures présentes dans ces zones adhérentes, une lame mince de l'interface devrait être réalisée et observée par transmission. Leur composition et leur taille renseigneraient alors sur le stade de leur évolution. Par comparaison avec l'interface d'une particule de  $10\mu\text{m}$  dont l'impact à  $380\text{m.s}^{-1}$  a engendré une température interfaciale comparable (cf. § 1.2.1 et Chapitre 4, § 1.2.2), on peut supposer que ces grains correspondent à des phases  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et de  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ .

### 4.3. Préchauffage à 400°C

Les observations réalisées au MEB\* de l'écaille en coupe, préchauffée à 400°C avant impact et macroscopiquement adhérente, révèlent de nombreuses zones adhérentes tant en son centre que sur ses bords (Figure V-32.a). Cela implique qu'à cette température, les différents niveaux de pression de contact engendrés par l'impact (cf. Chapitre 4, § 2.2.3) suffisent à amorcer l'accroche de l'écaille. Le long de l'interface, des composés d'1µm d'épaisseur ont été révélés après attaque chimique « Kroll » de l'échantillon (cf. Chapitre 2, § 3.1.1), de part et d'autre de l'interface initiale (Figure V-32.b et c).

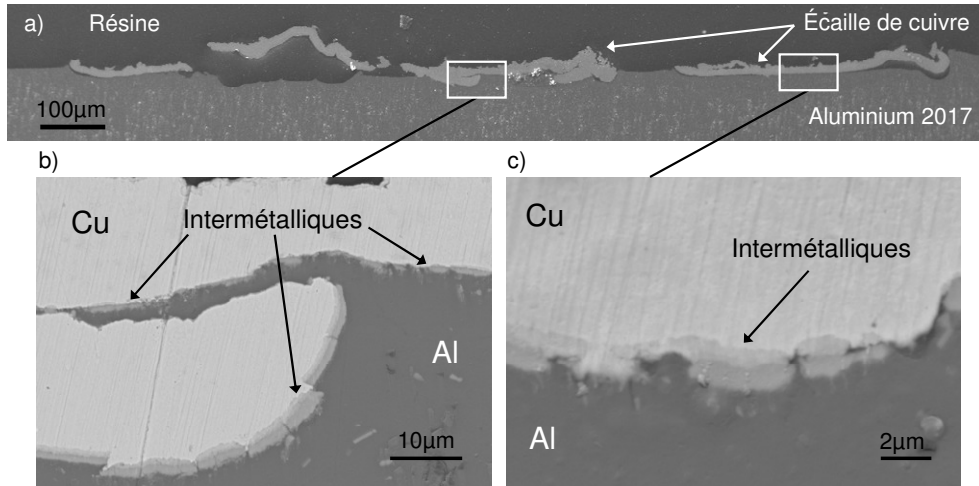


Figure V-31 : a), b) et c) Vues en coupe de l'écaille de cuivre écrasée sur le substrat d'Al2017, pour une vitesse d'impact de 410m.s<sup>-1</sup> et un préchauffage de 400°C

Par comparaison avec le cas des particules élémentaires (cf. § 3.1 et § 3.2), l'estimation de l'intensité des grandeurs locales proche de l'interface, prédite par la simulation numérique de cet essai (cf. Chapitre 4, § 2.2), permettait de prévoir l'apparition d'intermétalliques le long de l'interface. Afin de le vérifier, une lame mince de la zone interfaciale a été réalisée par FIB\* puis observée et analysée par transmission (cf. Chapitre 2, § 3.1.5). Six pointés ont été effectués dans les différentes structures apparentes afin d'en déterminer la composition chimique et estimer ainsi leur stade de développement (Figure V-33).

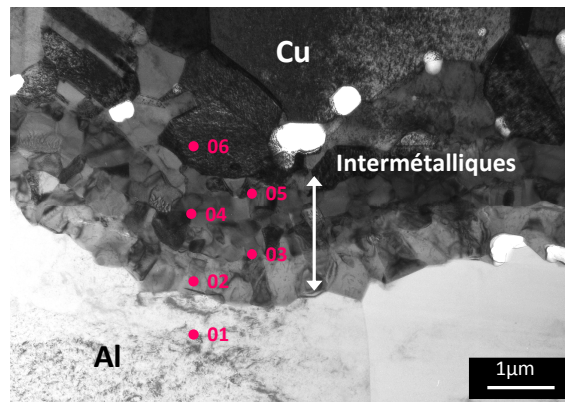


Figure V-33 : Image en transmission de la zone interfaciale entre l'écaille de cuivre préchauffée à 400°C et projetée à 410m.s<sup>-1</sup> sur un substrat d'Al2017

Entre l'aluminium (pointé n°1) et le cuivre (pointé n°6), les intermétalliques observés ont pu être identifiés comme de l'Al<sub>2</sub>Cu (pointés n°2 et 3) et de l'AlCu (pointés n°3 et 4) enrichis

en aluminium (Tableau V-1). Ce résultat correspond alors au profil établi pour l'impact d'une particule de  $10\mu\text{m}$  de diamètre à  $430\text{m.s}^{-1}$  puisque les mêmes composés avaient été identifiés (cf. § 2.2).

La taille des nanograins apparaît toutefois bien supérieure à celle mise en évidence pour les particules. Comme le laissait présager la simulation numérique (cf. Chapitre 4, § 2.2.2), la matière a fondu lors de l'impact de l'écaille dans ces conditions. Néanmoins, la géométrie de l'interface n'était certainement pas favorable à son entière évacuation. Après formation des composés intermétalliques  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{AlCu}$  et de celui dont la composition est intermédiaire (cf. § 2.2), la diffusion de l'aluminium dans le cuivre a donc continué de se produire, enrichissant ainsi les phases formées.

Pointé n°	1	2	3	4	5	6
Taux d'Al (% en masse)	100	54,1	51,7	40	40,1	0
Taux de Cu (% en masse)	0	45,9	48,3	60	59,9	100
Phase correspondante	Al	$\text{Al}_2\text{Cu}$	$\text{Al}_2\text{Cu} / \text{AlCu}$	$\text{AlCu}$	$\text{AlCu}$	Cu

Tableau V-1 : Composition des composés analysés à l'interface, numérotés de 1 à 6 sur la figure V-33

Lors de l'impact d'une particule à  $430\text{m.s}^{-1}$ , la température locale maximale atteinte est par conséquent supérieure à  $450^\circ\text{C}$ . Ce résultat corrobore l'interprétation qui avait été réalisée lors de l'étude de ce cas (cf. § 1.1.2) puisque de l'aluminium fondu avait été détecté sur les bords de la particule.

## 4.4. Conclusion

L'interface des écailles de cuivre projetées à  $415\text{m.s}^{-1}$  sur un substrat d'Al2017 ont été observées afin d'étudier l'influence de la température de préchauffage donc de la température locale sur la formation des phénomènes interfaciaux.

Sans préchauffage, les phénomènes physico-chimiques ont tendance à ne pas se développer le long de l'interface. L'intense pression de contact mise en jeu lors de l'impact de l'écaille ne suffit pas à suppléer l'effet de la température locale, visiblement indispensable. Dans ce cas, les mécanismes d'adhérence macroscopique s'apparentent alors à ceux du soudage à froid.

Un préchauffage de  $200^\circ\text{C}$  des matériaux, respectivement  $400^\circ\text{C}$ , élève la température locale autour de  $240^\circ\text{C}$ , respectivement  $430^\circ\text{C}$ , pour une même pression de contact qu'à  $20^\circ\text{C}$ . La diffusion s'effectue alors sur plusieurs microns et des phases intermétalliques apparaissent. De petites dimensions à  $240^\circ\text{C}$ , ces grains se développent lorsque la température augmente. Ils s'épaississent et leur composition évolue vers celle des grains présents à l'interface d'une particule de  $10\mu\text{m}$  de diamètre projetée à  $430\text{m.s}^{-1}$  (cf. § 2.2). La température nécessaire à une intense diffusion du cuivre dans l'aluminium, comme observé pour une particule de  $10\mu\text{m}$  projetée à  $480\text{m.s}^{-1}$  (cf. § 1.2.3), n'est par conséquent pas atteinte.

Tout comme la vitesse d'impact, la température de préchauffage des matériaux a un effet direct sur l'adhérence grâce à l'évolution des grandeurs locales et des phénomènes interfaciaux. Toutefois, l'élévation de  $200^\circ\text{C}$  équivaut approximativement à une augmentation de  $100\text{m.s}^{-1}$ . Cela pourrait être corroboré par des caractérisations métallurgiques et par des essais d'adhérence par choc laser réalisés sur des échantillons élaborés avec le procédé d'accélération de poudre par choc laser (cf. Chapitre 3, § 3.2.5.1).

D'autre part, les pressions de contact et la température locale sont les deux paramètres indispensables aux interactions physico-chimiques, l'effet de la température locale semble être prépondérant lors de l'impact à grande vitesse. L'effet de pression doit alors constituer une barrière d'activation au-delà de laquelle celui de la température locale prédomine.

## 5. CONCLUSION

L'objectif de ce chapitre était de comprendre l'influence des conditions d'impact sur les phénomènes induits aux interfaces. Ainsi, l'énergie cinétique donc la vitesse et le diamètre des particules ainsi que la température de préchauffage d'écaillés projetées à grande vitesse ont été étudiés. Les analyses correspondantes ont été menées par transmission sur des lames réalisées par FIB\*, prélevées le long des interfaces. Outre l'influence de chacun des paramètres sur les différentes zones de l'interface, explicitées dans les conclusions partielles de ce chapitre (cf. § 1.4, § 2.4, § 3.4 et § 4.4), l'interprétation et la confrontation de ces résultats ont permis d'établir le comportement général des interactions physico-chimiques, responsables de l'adhérence, qui se produisent le long de l'interface pendant l'impact d'une particule de 10µm de diamètre.

Pour des vitesses d'impact bien inférieures à  $380\text{m.s}^{-1}$ , une diffusion sans recristallisation existe certainement sur plusieurs centaines de nanomètres. En revanche, elle ne suffit pas à empêcher le rebond, comme l'ont montré les analyses du fond des particules. Elle renforce simplement l'effet de la couche d'oxyde structurée en aiguilles qui contribue à l'adhérence mécanique locale dans cette zone (Figure V-34.V<sub>1</sub>).

Lorsque la vitesse augmente, des composés intermétalliques sont formés. Ces grains, identifiés comme étant de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et de l' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ , sont formés à l'état solide lorsque la vitesse d'impact se rapproche de  $380\text{m.s}^{-1}$  (Figure V-34.V<sub>2</sub>). Avant cristallisation, les compositions évoluent lorsqu'elle augmente.

Autour de  $430\text{m.s}^{-1}$ , le phénomène de fusion locale de l'aluminium apparaît, favorisant par conséquent l'interdiffusion. Les intermétalliques s'épaississent alors et leur concentration en aluminium augmente. De nouveaux composés, tels que l' $\text{AlCu}$  ou un composé intermédiaire dont la composition se situe entre celle de l' $\text{AlCu}$  et de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$ , sont ainsi formés (Figure V-34.V<sub>3</sub>). De plus, lorsque ce phénomène de fusion survient à l'interface entre la particule et le substrat, au-delà de  $430\text{m.s}^{-1}$ , une éjection de matière se produit. Une phase amorphe résultant de la solidification rapide de la matière fondue est alors détectable au bord de la particule.

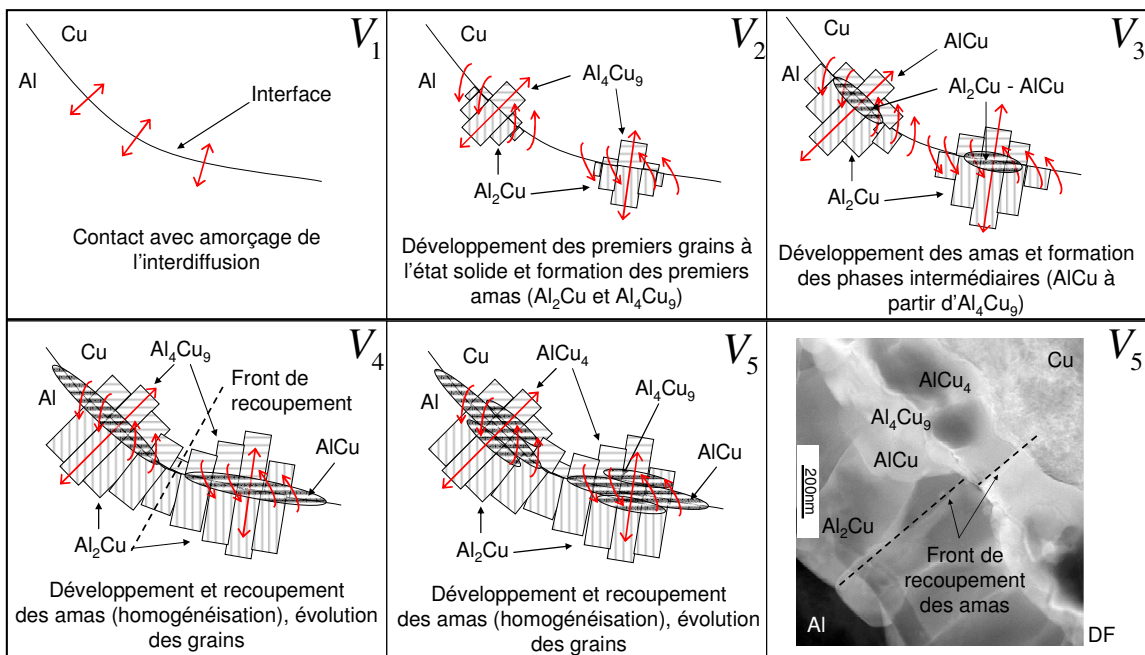


Figure V-34 : Schéma récapitulatif de la chronologie des phénomènes physico-chimiques qui se produisent aux interfaces pour des vitesses d'impact croissantes

Pour des vitesses avoisinant  $480\text{m.s}^{-1}$ , ce phénomène est accentué par le passage à l'état liquide ou l'amorphisation de sa couche d'oxyde. L'augmentation du taux de cuivre, avant cristallisation, permet d'évoluer vers les composés intermédiaires stables suivants et d'en accroître le volume (Figure V-34.V<sub>4</sub>). Dans ce cas, la composition de la phase amorphe détectable sur les bords de la particule présente une teneur en cuivre plus élevé.

Au-delà de cette vitesse, la composition des nanograins évolue peu et les interactions physico-chimiques ont tendance à s'homogénéiser tout le long de l'interface (Figure V-34.V<sub>5</sub>).

Lors de l'impact des particules, la température locale n'est pas uniforme le long de l'interface, comme le prédisaient les simulations numériques (cf. Chapitre 4, § 1). Celle-ci reste toujours inférieure vers le fond de la particule. Dans cette zone, quelque soit la vitesse d'impact, les interactions métallurgiques sont donc moins développées que vers la zone intermédiaire. Une forte augmentation de diamètre de particule peut toutefois avoir pour effet d'homogénéiser les différentes zones.

L'élévation de la vitesse d'impact des particules provoque donc, par paliers, le développement des interactions métallurgiques (cf. Figure V-34). Cependant, l'augmentation du diamètre des particules abaisse la vitesse critique de chaque étape, entre  $50$  et  $100\text{m.s}^{-1}$  pour un passage de  $10$  à  $20\mu\text{m}$  par exemple, puisqu'elle élève la température locale.

D'autre part, l'effet du diamètre et de la vitesse d'impact semblent prédominants par rapport à celui de la température de préchauffage. En effet, l'élévation d'une centaine de degrés de la température de préchauffage ne modifie pas de manière significative le développement des phénomènes interfaciaux. Ce dernier est donc majoritairement régi par la température locale et dépend donc principalement du diamètre et de la vitesse de la particule. La détermination du niveau d'adhérence, qui fera l'objet du chapitre suivant, ne prendra donc pas en compte la température de préchauffage. Seules des particules fines et larges projetées à différentes vitesses seront étudiées.

Enfin, une haute pression de contact est indispensable pour que des phénomènes physico-chimiques surviennent durant une si courte durée d'interaction. Il doit alors exister un seuil en dessous duquel la diffusion n'est pas suffisamment développée pour permettre l'adhérence. Toutefois, lorsque ce niveau est franchi, les effets de la température locale deviennent prédominants et gouvernent la formation des phénomènes interfaciaux.

Les phénomènes survenant le long de l'interface durant l'impact ont été élucidés. Leur corrélation aux conditions d'impact et donc à l'évolution des grandeurs locales associées, calculées numériquement (cf. Chapitre 4), a été explicitée tout au long de ce chapitre. Le lien entre conditions d'impact, interactions physico-chimiques et niveau d'adhérence des particules pourra donc être établi lorsque ce dernier sera déterminé.

---

## *Chapitre 6 : Adh rence*

---





# Chapitre 6 :

## Adhérence

### Sommaire

<b>1. MODELISATION DE L’ESSAI D’ADHERENCE PAR CHOC LASER APPLIQUE AUX PARTICULES ELEMENTAIRES .....</b>	<b>178</b>
1.1. Simulation numérique de l’essai .....	178
1.1.1. Choix du modèle et paramètres de calcul.....	178
1.1.2. Théorie du modèle de fluide parfait .....	178
1.1.3. Simulation numérique du modèle de fluide parfait .....	179
1.1.4. Simulation numérique avec modélisation élasto-plastique .....	180
1.2. Choix du chargement mono – ou bidimensionnel.....	181
1.2.1. Simulation du chargement 1D appliqué aux particules.....	181
1.2.1.1. Modèle de simulation.....	181
1.2.1.2. Résultats et analyse .....	182
1.2.2. Simulation du chargement 2D appliqué aux particules.....	183
1.2.2.1. Modèle de simulation.....	183
1.2.2.2. Résultats et analyse .....	183
1.2.3. Comparaison des chargements appliqués aux particules.....	185
1.2.3.1. Simulation numérique .....	185
1.2.3.2. Validation expérimentale .....	186
1.3. Conclusion.....	188
<b>2. CALCUL DES CONTRAINTES A L’INTERFACE ENTRE LA PARTICULE ET LE SUBSTRAT .</b>	<b>188</b>
2.1. Calibration du tir laser.....	189
2.1.1. Détermination du profil temporel de pression.....	189
2.1.1.1. Méthode expérimentale.....	189
2.1.1.2. Résultats et analyse .....	190
2.1.2. Répartition spatiale du chargement .....	191
2.1.3. Etalonnage de la Pression de surface en fonction du flux laser.....	192
2.1.3.1. Méthode expérimentale.....	192
2.1.3.2. Résultats et analyse .....	192
2.2. Calcul des contraintes.....	193
2.2.1. Influence de la géométrie de la particule.....	193
2.2.1.1. Modèle de simulation.....	193
2.2.1.2. Résultats et analyse .....	194
2.2.2. Influence du flux laser.....	196
2.2.2.1. Modèle de simulation.....	196
2.2.2.2. Résultats et analyse .....	196

2.2.3. Influence du diamètre de tache focale .....	197
2.2.3.1. Configuration du modèle numérique.....	197
2.2.3.2. Résultats et analyse .....	197
2.2.4. Influence de la position de la particule par rapport au centre de la tache.....	198
2.2.4.1. Configuration du modèle numérique.....	198
2.2.4.2. Résultats et analyse .....	198
2.2.5. Influence du lieu de l'interface.....	199
2.2.5.1. Configuration du modèle numérique.....	199
2.2.5.2. Résultats et analyse .....	200
2.3. Conclusion.....	200
<b>3. NIVEAU D'ADHERENCE DES PARTICULES .....</b>	<b>201</b>
3.1. Méthode de détermination du niveau d'adhérence.....	201
3.2. Influence de la vitesse d'impact .....	203
3.3. Influence du recouvrement des particules .....	205
3.4. Influence de la couche d'oxyde.....	206
3.4.1. Influence de la couche d'oxyde sur le niveau d'adhérence .....	206
3.4.2. Influence de la couche d'oxyde sur la morphologie des cratères .....	207
3.5. Conclusion.....	208
<b>4. CONCLUSION .....</b>	<b>210</b>

L'un des enjeux de cette partie est de quantifier l'influence de ces conditions d'impact sur l'adhérence. Les projectiles sphériques, i.e. les particules projetées par cold spray, présentent l'ensemble des phénomènes physiques responsables de l'adhésion à l'impact (cf. Chapitre 5, § 5). Ces derniers sont majoritairement gouvernés par la température locale et dépendent donc principalement du diamètre et de la vitesse de la particule. La détermination du niveau d'adhérence ne prendra donc pas en compte la température de préchauffage dont l'influence a été mise en évidence avec l'impact d'écailles. Seules des particules fines et grossières projetées à différentes vitesses seront étudiées.

Parmi l'ensemble des essais d'adhérence classiquement utilisés, aucun ne peut être appliqué efficacement à des objets de quelques dizaines de microns enchâssés dans la matière (cf. Chapitre 1, § 1.3). L'enjeu premier de cette partie est donc de développer une méthode permettant de quantifier l'adhérence des particules élémentaires. Cela a été rendu possible par l'utilisation de l'essai d'adhérence par choc laser, LASAT\* (« LAser Shock Adhesion Test »), via le développement d'une variante originale reposant sur les effets engendrés par la propagation bidimensionnelle des ondes de choc (cf. Chapitre 1, § 2.3.1).

La contrainte générée à l'interface lors de l'essai d'adhérence par choc laser appliqué aux splats\* est uniquement accessible par simulation numérique (cf. Chapitre 1, § 2.3.2). La première étape est donc de vérifier l'aptitude du logiciel 2D retenu pour cette étude, Abaqus®, à retranscrire les phénomènes de propagation d'ondes de choc. La nécessité du choix d'un chargement bidimensionnel est ensuite montrée.

Puis, l'évolution des contraintes à l'interface entre la particule et le substrat sera explicitée en fonction de différents paramètres géométriques et physiques de la particule et du laser. Les paramètres optimums et les hypothèses relatives à la détermination du niveau d'adhérence des particules pourront ainsi être définis. Pour cela, le chargement spatial et temporel lors de chaque tir laser doit être connu en fonction du flux utilisé. Cette calibration du laser devra donc avant tout être effectuée.

Enfin, une méthode de détermination du niveau d'adhérence des particules, nécessitant l'utilisation conjointe de l'expérience et de la simulation numérique, sera explicitée. Celle-ci sera ensuite utilisée afin d'étudier l'influence des conditions de projection sur le seuil d'adhérence des particules.

## 1. MODELISATION DE L'ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER APPLIQUE AUX PARTICULES ELEMENTAIRES

L'objectif de cette partie est d'établir que l'essai d'adhérence par choc laser peut s'appliquer à des objets de petites dimensions tels que les particules élémentaires de 15 à 60  $\mu\text{m}$  de diamètre déposées sur le substrat. Avant la simulation de chargements sollicitant des géométries complexes, l'aptitude du logiciel à retranscrire convenablement les phénomènes de propagation d'ondes de choc doit être vérifiée à partir du cas simple monodimensionnel. Puis, des simulations avec des chargements 1D et 2D sur une géométrie 2D doivent être développées afin de mettre en avant les phénomènes mis en jeu. Cela permettra le choix du chargement, mono ou bidimensionnel, le plus adapté au cas des particules élémentaires. Une vérification expérimentale doit conjointement être menée afin de corroborer la validité de cette décision.

### 1.1. Simulation numérique de l'essai

La modélisation numérique monodimensionnelle de l'essai d'adhérence a été développée afin de valider la convenable retranscription des phénomènes de propagation d'ondes par rapport à la théorie d'une part, puis de vérifier que l'essai LASAT\* peut être appliqué aux splats\* d'autre part. En effet, lorsqu'un revêtement est trop fin, le phénomène de désadaptation d'impédance peut perturber le niveau de traction que l'on souhaite atteindre à l'interface.

#### 1.1.1. Choix du modèle et paramètres de calcul

Des particules de 60 et 15  $\mu\text{m}$  ont été considérées et disposées sur la face arrière d'un substrat de 3mm d'épaisseur. Le chargement appliqué en face avant du substrat a été choisi constant et maintenu suffisamment longtemps (1  $\mu\text{s}$ ) pour que l'amplitude des résultats ne dépende pas de la taille des particules. En effet, tant que la détente de fin de chargement en face avant ne parvient pas jusqu'à l'interface particule / substrat, l'évolution temporelle des ondes dans des particules de taille différente varie mais les amplitudes des paliers atteints restent identiques (Figure VI-1).

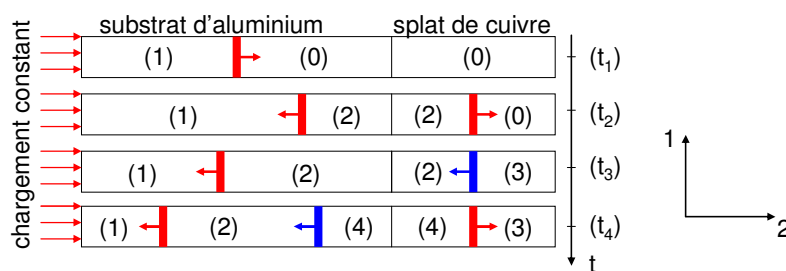


Figure VI-1 : Evolution des ondes de choc et de détente dans le substrat et la particule

#### 1.1.2. Théorie du modèle de fluide parfait

Une amplitude de 2GPa a été choisie pour le chargement laser. Le modèle de propagation d'ondes en fluide parfait (cf. Chapitre 1, § 2.2.1) a permis de retrouver analytiquement l'évolution des niveaux de vitesse matérielle et de pression atteints à l'interface et à la face

arrière du splat\* (Figure VI-1). Les polaires de choc en approximation acoustique ont donc été tracées afin de visualiser l'intensité de ces états (Figure VI-2).

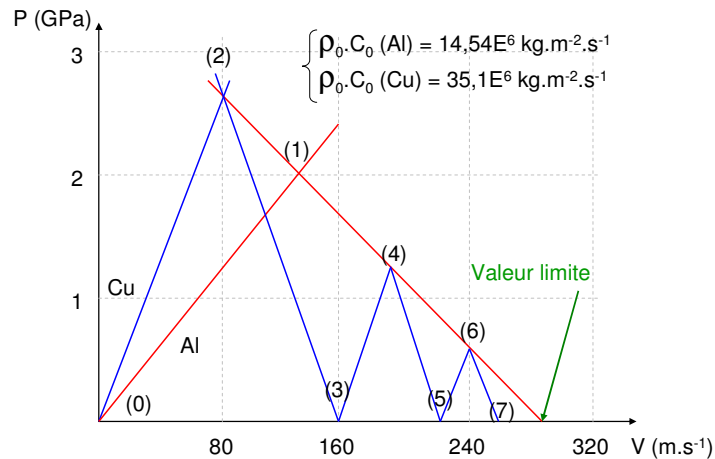


Figure VI-2 : Visualisation graphique des états atteints à l'aide des polaires de choc

Les points 2 (2,85GPa ; 80m.s<sup>-1</sup>), 4 (1,14GPa ; 191m.s<sup>-1</sup>) et 6 (460MPa ; 240m.s<sup>-1</sup>) sont les trois premiers états par lesquels l'interface a évolué.

### 1.1.3. Simulation numérique du modèle de fluide parfait

Le modèle précédent a été simulé numériquement par une géométrie filaire discrétisée en éléments de 0,5μm de longueur. La densité, la célérité dans le matériau au repos, le coefficient de Mie-Grüneisen et la constante « s » dépendant du matériau ont été pris comme paramètres d'entrée de la simulation (cf. Annexe 1). Les évolutions temporelles du niveau de vitesse et de contrainte à l'interface, i.e. la pression hydrostatique dans ce cas, ont été calculées pour des particules de 15 et 60μm. Les seuils correspondants ont été comparés à ceux calculés analytiquement au paragraphe précédent (Figure VI-3).

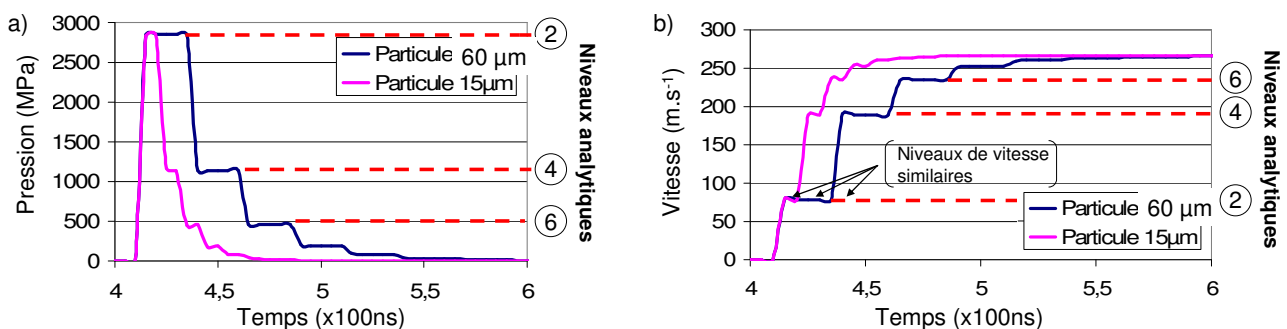


Figure VI-3 : Comparaison des résultats analytiques avec les niveaux a) de pression et b) de vitesse calculés numériquement pour des particules de 15 et 60μm au comportement de fluide parfait

Les niveaux de vitesse et de pression correspondant aux états atteints par l'interface sont similaires pour chacune des particules. Lorsque le chargement est maintenu, l'intensité des différents états est donc effectivement indépendante de la taille de la particule. Toutefois, de légers sauts en début et en fin de plusieurs paliers ont été observés. Ils étaient la conséquence de la gestion numérique du changement d'impédance à l'interface. Leur durée de maintien est logiquement proportionnelle à l'épaisseur de la particule. La modélisation numérique pourra donc être utilisée pour analyser le potentiel de l'essai d'adhérence à des particules de 15μm de diamètre.

Les états par lesquels est passée l'interface ont indiqué des amplitudes identiques à celles calculées via la théorie de la propagation des chocs en fluide parfait (cf. § 1.1.2). Cela a permis de vérifier l'aptitude d'Abaqus® à retranscrire des phénomènes de propagation d'ondes de choc.

Quelle que soit la dimension de la particule, la contrainte calculée à l'interface sera donc considérée comme représentative du chargement souhaité dans la suite de cette étude. De plus, la propagation des chocs dans des matériaux élasto-plastiques sera considérée comme valide puisque seules les propriétés des matériaux sont modifiées par rapport à ce cas de fluide parfait. Cette hypothèse sera largement vérifiée dans la suite de cette étude par la correspondance des signaux de vitesse de face arrière mesurés expérimentalement sur de fines plaques d'aluminium par le système VISAR\* (cf. Chapitre 2, § 2.2.3 et § 3.2.2) et ceux simulés numériquement. Par exemple, l'intensité du précurseur élastique, l'amortissement hydrodynamique et par propagation bidimensionnelle ainsi que la formation de la poche de traction 2D ont pu être convenablement retrouvés par simulation numérique (cf. § 2.1.3.2).

#### 1.1.4. Simulation numérique avec modélisation élasto-plastique

Un modèle identique à celui étudié précédemment a été appliqué en considérant toutefois les matériaux à comportement élasto-plastique. Compte tenu des très hautes vitesses de déformation mises en jeu sous choc laser, la loi de Johnson – Cook (cf. Chapitre 2, § 4.2.1) a été retenue et les paramètres mécaniques correspondants appliqués (cf. Annexe 1). Les évolutions temporelles du niveau de vitesse et de contrainte  $S_{22}$  à l'interface, ont été calculées pour des particules de  $60\mu\text{m}$  et comparées au modèle de fluide parfait (Figure VI-4).

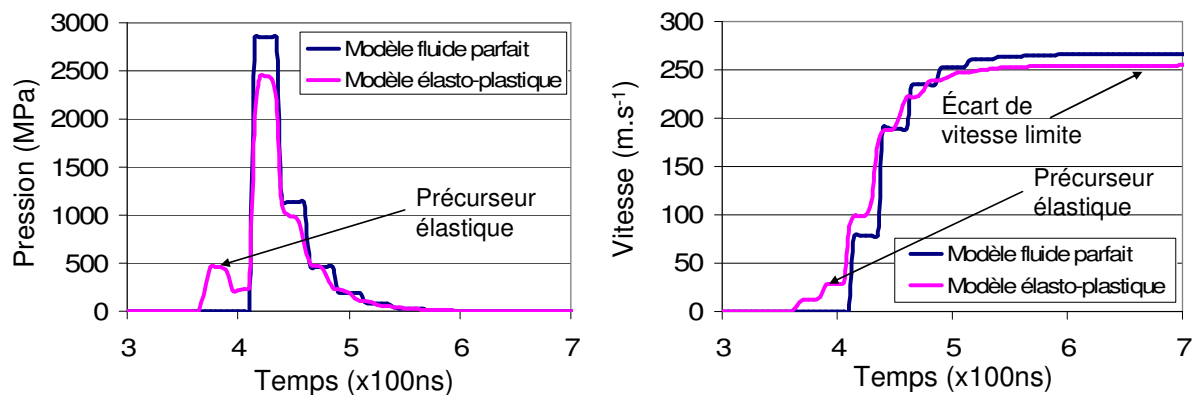


Figure VI-4 : Niveaux a) de pression et b) de vitesse calculés numériquement pour des particules de 15 et  $60\mu\text{m}$  au comportement élasto-plastique

Le précurseur élastique, plus rapide que le choc plastique est détecté bien en amont. Du fait de sa grande longueur, le substrat permet en effet au choc élastique de se détacher notablement du choc plastique. La compression puis la détente élastique induisent deux niveaux de vitesses correspondants.

Le niveau de contrainte à l'interface est plus faible pour le modèle élasto-plastique. La succession du caractère élastique puis plastique de la déformation consomme, en effet, plus d'énergie que dans le cas parfait. D'autre part, la polaire de choc du modèle élasto-plastique est au-dessus de celle du modèle de fluide parfait (cf. Chapitre 1, § 2.1.2.3). A niveau de contrainte égal, la vitesse induite se révèle donc inférieure. Cela explique les écarts de vitesse observés après 450ns.

Le calcul systématique de la vitesse matérielle des matériaux au comportement élasto-plastique soumis à un choc d'intensité donné a permis l'établissement de leur polaire de choc. Celles-ci ont été comparées avec celles obtenues par la théorie, à partir des données matériaux (cf. Annexe 1), afin de vérifier que cette simulation numérique était représentative des phénomènes physiques mis en jeu.

## 1.2. Choix du chargement mono – ou bidimensionnel

### 1.2.1. Simulation du chargement 1D appliqué aux particules

L'essai d'adhérence par choc laser a tout d'abord été appliqué avec une sollicitation monodimensionnelle, i.e. avec une tache focale de diamètre bien supérieur à l'épaisseur du substrat, sur une géométrie bidimensionnelle. Contrairement au modèle filaire (cf. § 1.1), l'interface courbe entre la particule et le substrat dévie la trajectoire des ondes de choc. Ainsi, le niveau de contrainte généré à l'interface peut être amplifié ou atténué. Cette simulation numérique a donc été développée afin de mettre en évidence les phénomènes responsables de la sollicitation de l'interface.

#### 1.2.1.1. Modèle de simulation

Un modèle axisymétrique a été sélectionné pour simuler l'essai d'adhérence par choc laser. Une particule sphérique de cuivre de  $60\mu\text{m}$  de diamètre a été enchâssée dans un substrat d'aluminium de  $2,7\text{mm}$  d'épaisseur (Figure VI-5). La face avant de ce dernier a été sollicitée sur un rayon de  $3,5\text{mm}$  avec une pression de surface de  $2,5\text{GPa}$ , modélisation de l'irradiation laser. Ainsi, le diamètre de tache focale a été bien supérieur à l'épaisseur du substrat. D'autre part, le substrat a été choisi suffisamment large pour que la réflexion des ondes sur les parois latérales n'influe pas sur la contrainte générée à l'interface entre la particule et le substrat. La sollicitation de la particule a donc été engendrée par les effets 1D du chargement.

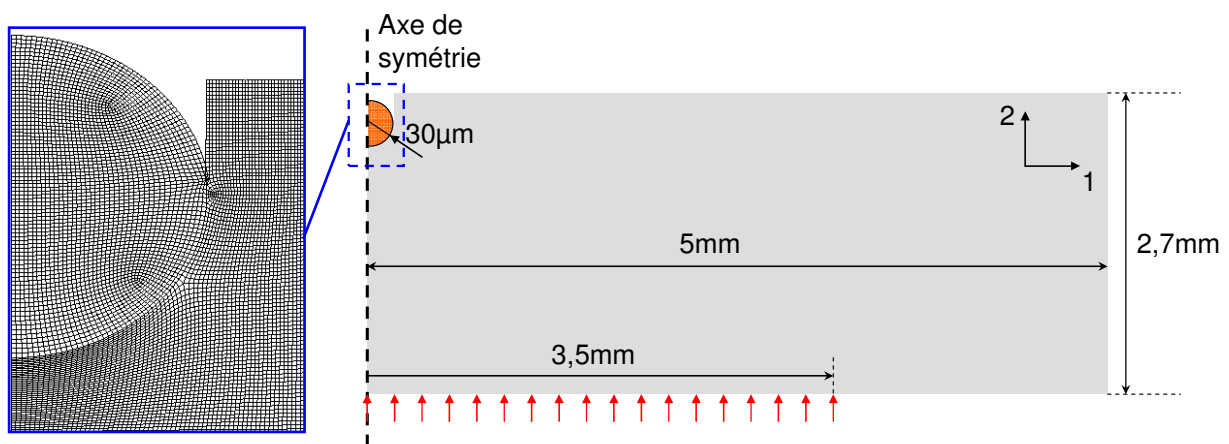


Figure VI-5 : Modèle de simulation du chargement 1D pour une particule de  $60\mu\text{m}$  de diamètre

Le maillage des pièces a été choisi suffisamment fin pour qu'une variation de la finesse de ce dernier n'altère pas le niveau de sollicitation atteint.

Le profil temporel de chargement a été celui d'une irradiation laser engendrée par le laser de puissance du LCD (cf. Chapitre 2, § 3.2.1) sous confinement eau pour atteindre  $2,5\text{GPa}$  de pression en face avant. Ce profil a été déterminé par une calibration expérimentale et numérique (cf. § 2.1.1) et sa répartition spatiale prise en compte (cf. § 2.1.2).



### 1.2.1.2. Résultats et analyse

Le caractère monodimensionnel du chargement de l'interface a tout d'abord été vérifié. Pour cela, une cartographie du substrat indiquant le niveau de contrainte  $S_{22}$  en tout point a été réalisée, 400ns après le début de la sollicitation de la face avant du substrat (Figure VI-6).

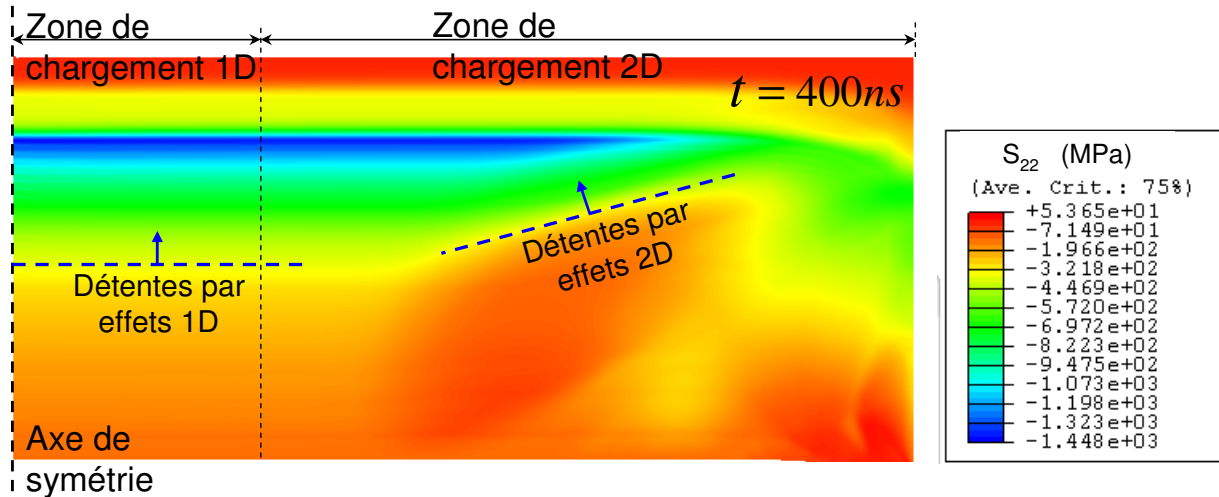


Figure VI-6 : Champ des contraintes dans le substrat, 400ns après l'irradiation laser, lors d'un chargement 1D

Le diamètre de tache focale a été choisi suffisamment large pour que l'éventail des détentes obliques provoquées par la propagation latérale du choc, n'atteigne pas l'axe de symétrie avant que les particules n'aient été sollicitées. Ainsi, les contraintes générées à l'interface entre la particule et le substrat sont uniquement engendrées par la zone de chargement 1D. Ces effets monodimensionnels de la propagation sont observables sur une zone de 4mm de diamètre.

Contrairement au cas filaire couplé au chargement décrit au paragraphe 1.1, la contrainte générée à l'interface n'est pas exclusivement engendrée par la propagation 1D des ondes dans la particule. Leur propagation 2D et l'interaction de ces dernières avec l'onde de détente résultant de la réflexion des chocs sur la face arrière du substrat, sollicitent également l'interface. Des cartographies ont été réalisées à différents instants afin de mettre en évidence les autres phénomènes responsables de la mise sous contrainte de l'interface (Figure VI-7).

La particule a tout d'abord été soumise aux compressions engendrées par le passage successif à travers l'interface du précurseur élastique, à 450ns, et de l'onde plastique, à 500ns après le début de la sollicitation de la face avant du substrat. La réflexion du précurseur élastique sur la face arrière du substrat a induit une fine bande de traction 1D qui aurait dû marquer le début d'une faible sollicitation constante de l'interface, à 512ns. Toutefois, la propagation 2D des ondes dans la particule en a certainement diminué l'intensité. La bande de traction 1D a ensuite interagi avec l'éventail de détentes situé dans le sillage du choc plastique. La résultante s'est ainsi propagée à travers l'interface, sollicitant pleinement cette dernière en traction jusqu'à 595ns, avant de se réfléchir sur la face arrière du substrat et de continuer à se propager sous forme d'onde de compression, à 650ns.

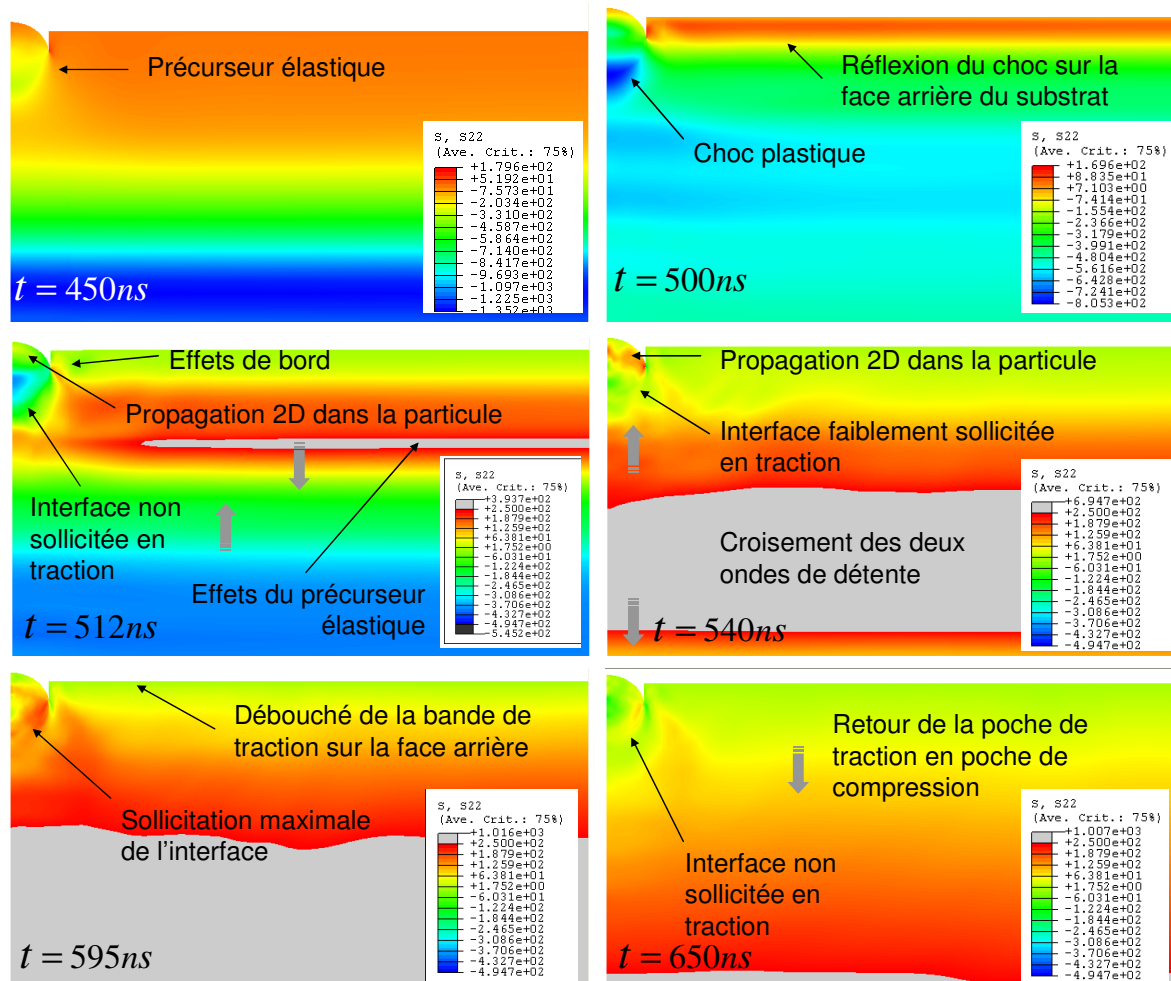


Figure VI-7 : Champ des contraintes dans la particule et le substrat, entre 450 et 650ns après l'irradiation laser, lors d'un chargement 1D

### 1.2.2. Simulation du chargement 2D appliqué aux particules

Les effets induits par de la propagation bidimensionnelle des ondes dans le substrat ont été pris en compte dans cette partie. La simulation numérique de l'essai d'adhérence dans cette configuration a donc été développée afin de mettre en évidence les phénomènes responsables de la traction générée à l'interface.

#### 1.2.2.1. Modèle de simulation

Un modèle axisymétrique décrit au paragraphe 1.2.1.1 a également été sélectionné pour simuler cet essai d'adhérence. Toutefois, la face avant de ce dernier a été sollicitée sur un rayon de 1,85mm. Le chargement est donc à caractère bidimensionnel puisque les ondes de détente obliques générées dans le sillage du choc, depuis les extrémités de la zone chargée, peuvent se croiser avant d'atteindre la face arrière du substrat.

#### 1.2.2.2. Résultats et analyse

Le caractère bidimensionnel du chargement a tout d'abord été vérifié. Pour cela, une cartographie du substrat indiquant le niveau de contrainte S22 en tout point a été réalisée, 400ns après le début de la sollicitation de la face avant du substrat (Figure VI-8).

La propagation latérale de l'onde de choc a effectivement induit, pour ce diamètre de tache focale, un éventail de détente latérales qui se sont croisées sur l'axe de symétrie avant de se réfléchir sur la face arrière du substrat. Cette interaction a entraîné la formation d'une poche de traction 2D dans le sillage de l'onde de choc. La sollicitation de l'interface a ainsi été provoquée par une superposition des effets 1D et 2D de la propagation des ondes.

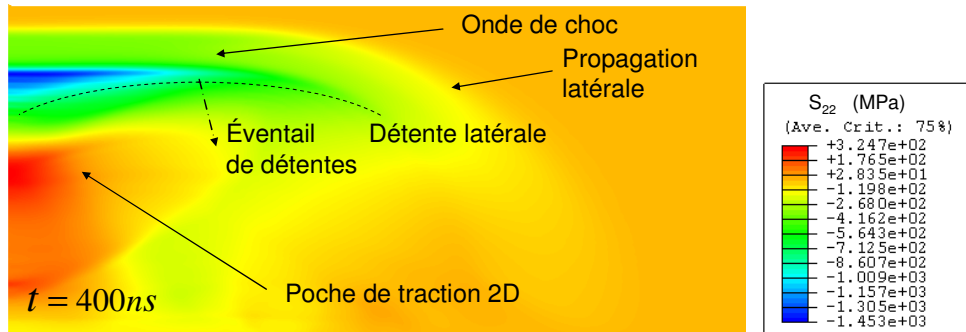


Figure VI-8 : Champ des contraintes dans le substrat, 400ns après l'irradiation laser, lors d'un chargement 2D

Lors des premiers instants de cette sollicitation, les phénomènes physiques se sont révélés identiques à ceux survenus lors du chargement 1D. A partir de cela, des cartographies réalisées à différents instants ont permis de mettre en évidence la superposition des phénomènes responsables de la sollicitation en traction de l'interface (Figure VI-9).

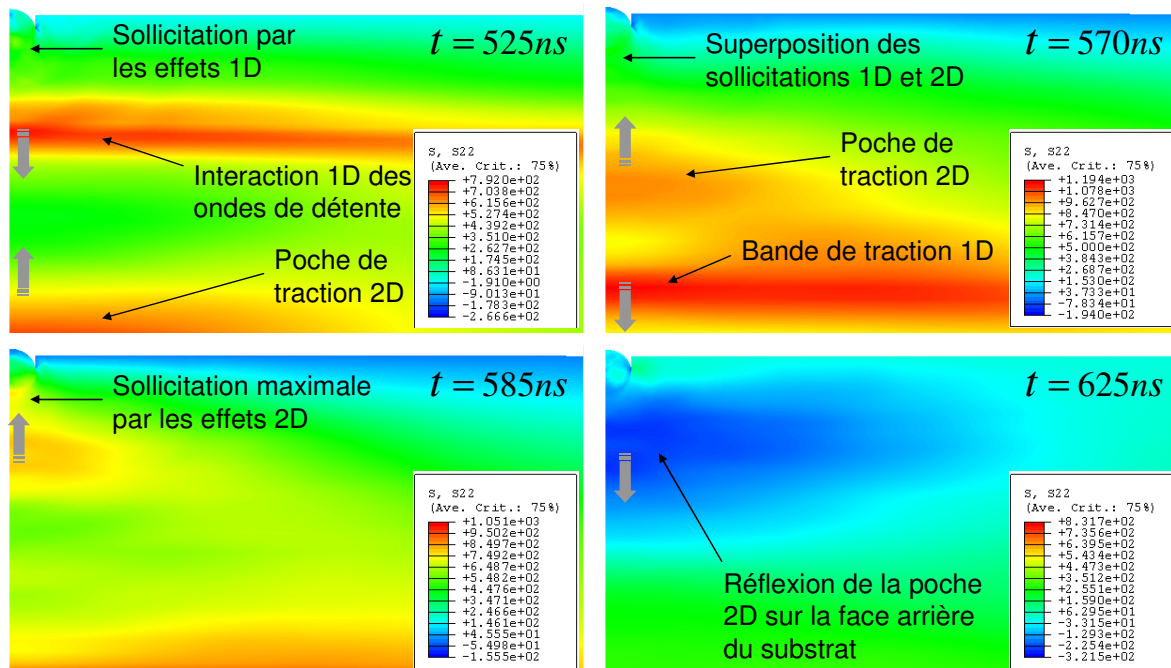


Figure VI-9 : Champ des contraintes dans la particule et le substrat, entre 525 et 625ns après l'irradiation laser, lors d'un chargement 2D

La sollicitation de l'interface par les effets 1D a été visualisée à 525ns après le début du chargement laser. A cet instant, la bande de traction 1D (cf. § 1.2.1) s'éloigne de la particule alors que la poche de traction induite par les effets 2D s'en rapproche. Moins de 40ns après, ces deux ondes de détente se croisent et le résultat de l'interaction provoque une augmentation de l'intensité des tractions respectives. Alors que la bande 1D continue de s'éloigner de la particule, la poche de traction 2D commence à solliciter l'interface. La superposition des

effets 1D et 2D provoque alors une importante intensité de traction à l'interface (570ns). Le cœur de la poche de traction 2D se propage ensuite à travers l'interface, sollicitant ainsi cette dernière en traction de manière maximale (585ns). L'arrêt de cette sollicitation en traction est marqué par la réflexion en onde de compression de la poche de traction sur la face arrière du substrat (625ns).

Durant l'ensemble du processus, la propagation bidimensionnelle des ondes à l'intérieur de la particule a engendré de fortes variations de contrainte au centre de cette dernière. Alternant compression et traction, ces variations ont influencé le niveau de contrainte à l'interface.

### 1.2.3. Comparaison des chargements appliqués aux particules

#### 1.2.3.1. Simulation numérique

Des simulations numériques d'essai d'adhérence par choc laser ont été réalisées pour les géométries et chargements décrits précédemment. Sur les modèles à géométrie 2D, une pression de 2,5GPa en face avant du substrat a été appliquée. Pour le modèle filaire, une intensité de 1,35GPa a été préférée. Cela a permis de compenser l'atténuation liée à la propagation latérale des ondes absente dans ce dernier cas. Ainsi, l'obtention d'une mise en compression similaire de l'interface a été possible.

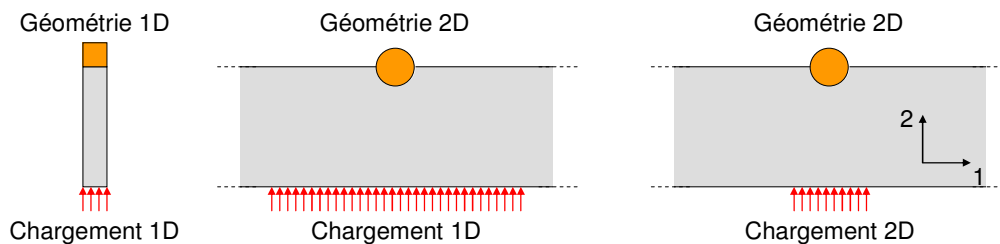


Figure VI-10 : Schéma des différentes configurations 1D et 2D de géométrie et de chargement

L'évolution temporelle de la contrainte  $S_{22}$  moyennée spatialement et générée à l'interface entre la particule et le substrat a été calculée pour chaque modèle. Ainsi, chargement 1D sur géométrie 1D puis 2D (Figure VI-10) et chargement 2D sur géométrie 2D (Figure VI-10) ont pu être comparés (Figure VI-11).

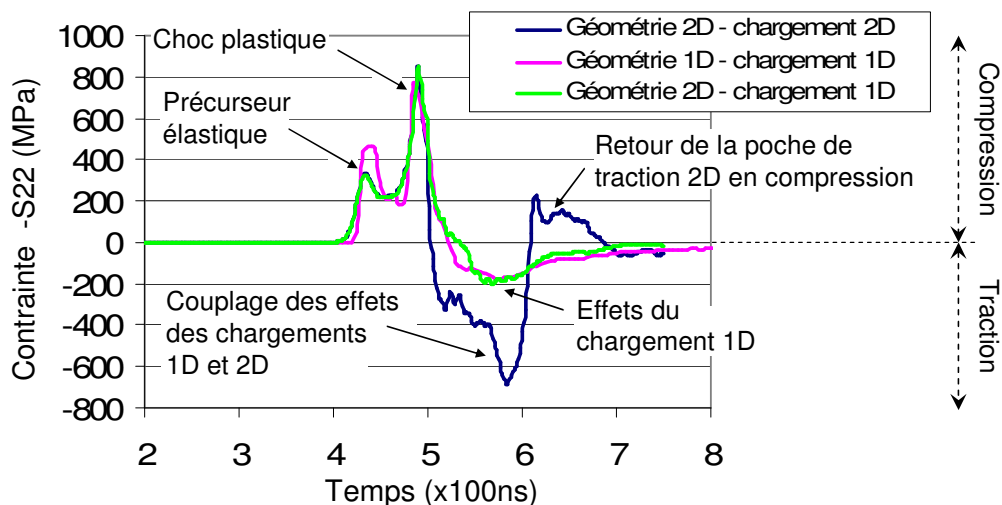


Figure VI-11 : Comparaison de la sollicitation engendrée à l'interface entre la particule et le substrat, par les différents chargements, pour une géométrie 1D et 2D

Les interfaces ont été soumises à un choc d'intensité équivalente pour l'ensemble des modèles. Seuls les effets de géométrie ont donc influencé le niveau de traction généré à l'interface. Malgré des phénomènes physiques différents (cf. §1.2.1 et §1.1), le niveau de traction maximal atteint pour les modèles de chargement 1D s'avère identique. Toutefois, la géométrie de l'interface retarde la sollicitation en traction. En revanche, le couplage des effets 1D et 2D du modèle de chargement 2D présente une intensité bien plus élevée, de l'ordre de 700MPa. De plus, les effets de géométrie permettent l'augmentation de l'intensité de traction provoquée par les effets du chargement 1D. En effet, l'atténuation engendrée par la propagation latérale des ondes rend le front d'onde plus court, générant ainsi la poche de traction 1D plus proche de l'interface. Les interactions avec les ondes se propageant dans la particule sont favorisées. Après son passage par l'interface, la poche de traction 2D se réfléchit en onde de compression sur la face arrière du substrat. La traversée de l'interface par cette dernière explique le brusque passage de la traction à la compression autour de 600ns.

Un chargement engendrant une sollicitation reposant sur la propagation bidimensionnelle des ondes est donc préférable pour éprouver les particules en vue de mesurer leur niveau d'adhérence. Dans le cas contraire, les particules les plus adhérentes pourraient ne pas être décollées.

Les niveaux de contraintes calculés ici sont des moyennes spatiales tout le long de l'interface. En réalité, les niveaux peuvent s'avérer très différents entre le bord et le fond de la particule. Il faut donc rester vigilant quant à l'interprétation du calcul et du décollement des particules. Cela fera l'objet d'une étude au paragraphe 2.2 de ce chapitre.

Lors d'un essai de traction normalisé appliqué à un substrat revêtu d'un dépôt épais obtenu par cold spray, traction et cisaillement apparaissent le long de l'interface. En effet, cette dernière présente une rugosité pour laquelle le  $R_z$  avoisine le rayon moyen des particules projetées. Ainsi, l'endommagement et le niveau d'adhérence sont déterminés par la contrainte principale  $S_{22}$  et non par la traction locale. Lors de l'essai LASAT\* appliqué aux splats\*, traction et cisaillement apparaissent également le long de l'interface étant donné sa géométrie induite par l'enfoncement des particules. Pour permettre une comparaison entre les configurations dépôt et splat\*, la contrainte  $S_{22}$  moyennée le long de l'interface entre la particule et le substrat sera nommée traction dans la suite de cette étude. Pour étudier avec plus de justesse l'adhérence des particules, un repère local devrait être considéré, les contraintes  $S_{12}$  et  $S_{22}$  prises en compte et les phénomènes de traction et de cisaillement découplés.

### 1.2.3.2. Validation expérimentale

#### 1.2.3.2.1. Méthode expérimentale

Deux échantillons présentant des particules de 60µm en moyenne sur un substrat d'aluminium de 2,7mm d'épaisseur ont été éprouvés par choc laser. Ils ont respectivement été obtenus sous les conditions de projection 2MPa - 400°C et 3MPa - 400°C. L'adhérence des particules du premier échantillon est donc plus faible que celle résultant des conditions les plus sévères. Le dispositif expérimental utilisé pour ces essais d'adhérence était celui décrit un peu plus loin dans ce chapitre (§ 1.5).

Les premières particules ont été sollicitées par un tir sur une tache focale de 7mm de diamètre avec un flux  $\varphi = 2,2GW.cm^{-2}$  permettant d'engendrer une pression de 1,3GPa en face avant. Le chargement a donc été 1D.

Les autres particules ont été éprouvées avec une irradiation sur une tache focale de 3,5mm de diamètre et un flux  $\varphi = 2,2GW.cm^{-2}$  permettant de générer une pression de 1,3GPa en face

avant du substrat. Les effets liés à la propagation latérale donc bidimensionnelle des ondes de choc doivent être pris en compte (cf. § 1.2.2 et Chapitre 1, § 2.3.1.3).

Le décollement des particules de la face arrière du substrat a été étudié afin de déterminer la méthode la plus efficace à appliquer aux particules pour mesurer leur niveau d'adhérence. Cette méthode permettra, en effet, d'atteindre le niveau de traction le plus élevé et ainsi de mesurer la gamme de seuil d'adhérence la plus large.

#### 1.2.3.2.2. Résultats et analyses

Pour chaque échantillon, la zone éprouvée a été observée avant et après tir laser afin de déterminer si les particules avaient été décollées (Figure VI-12). Pour un repérage plus aisé des particules décollées dans la zone sollicitée, cette dernière a été marquée au feutre avant l'essai d'adhérence. Les points lumineux visibles sur les images représentent les particules adhérant à la surface du substrat. Les plus sombres indiquent les cratères laissés par le rebond des particules lors de la projection ou ceux laissés par les particules après décollement par choc laser. Lorsqu'un point lumineux n'apparaît que sur l'image de la zone avant tir, cela met en évidence le décollement de la particule correspondante sous l'effet de la sollicitation.

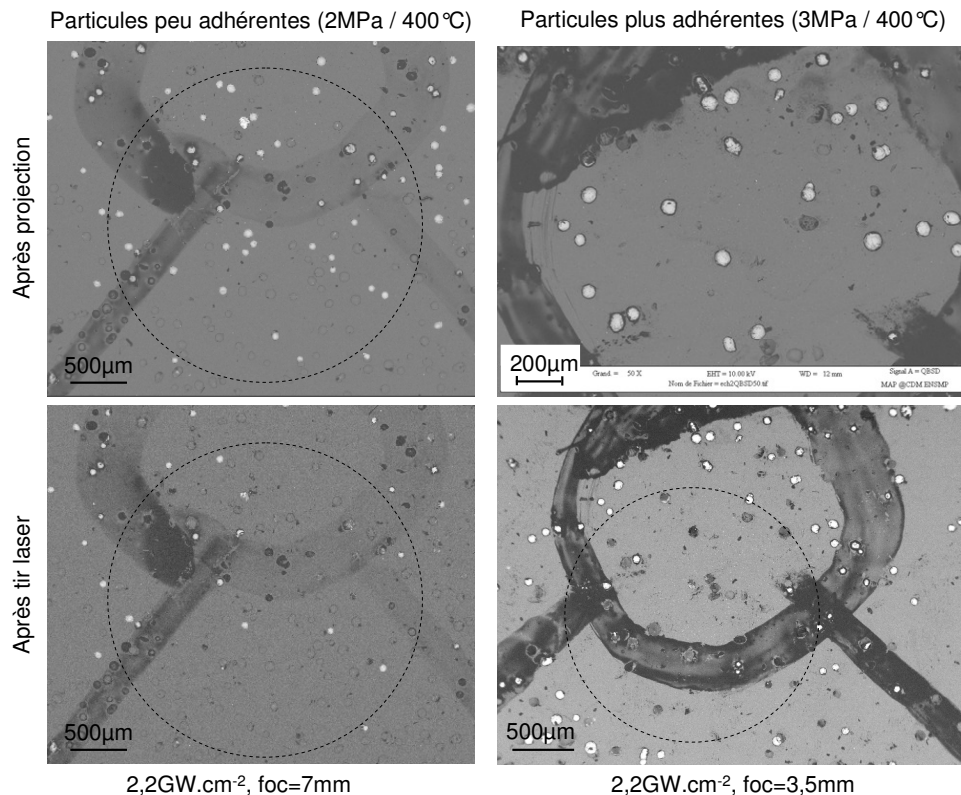


Figure VI-12 : Observation au MEB\* du décollement des particules sollicitées avec un chargement 1D et 2D

Pour un flux laser en face avant identique, les particules les moins adhérentes ont été décollées de manière moins homogène, i.e. sur des zones moins concentriques, que les plus adhérentes. Le niveau de sollicitation atteint à l'interface entre la particule et le substrat avec un chargement 1D n'a donc pas été suffisant. Les effets induits par le chargement laser 2D, i.e. en choisissant un diamètre de tache focale de l'ordre de l'épaisseur du substrat, ont, par conséquent, permis d'atteindre des niveaux de traction bien plus élevés à l'interface. L'utilisation des effets de propagation latérale des ondes a donc été sélectionnée pour la suite de l'étude. Celle-ci engendre un gain significatif du niveau de traction induit par superposition des phénomènes d'interaction 1D et 2D.

### 1.3. Conclusion

Afin de s'assurer de la capacité d'Abaqus® à retranscrire les phénomènes de propagation d'ondes de choc, un modèle monodimensionnel, i.e. filaire, a été simulé numériquement. La simulation des matériaux au comportement de fluide parfait soumis à un choc laser a prédit des niveaux de vitesse et de contrainte à l'interface en concordance avec la théorie.

Les configurations de chargement 1D puis 2D sur une géométrie 2D ont été modélisées afin de déterminer le choix d'une méthode expérimentale susceptible de décoller les particules présentant l'éventail de niveau d'adhérence le plus large. L'intensité de la traction générée à l'interface entre la particule et le substrat ainsi que les phénomènes physiques et géométriques qui en sont responsables ont été analysés.

L'interaction entre la queue de détente du chargement et la réflexion de l'onde de choc en onde de détente sur la face arrière du substrat, ainsi que la propagation 2D des ondes dans la particule sont responsables de la sollicitation en traction de l'interface pour un chargement 1D. Dans le cas 2D, la propagation latérale du choc induit des ondes de détentes obliques dont l'interaction provoque la création d'une poche de traction déferlant dans le sillage du choc. Le couplage de ce phénomène avec ceux survenant dans le cas du chargement 1D permet de solliciter plus intensément l'interface.

Avec un chargement 1D, le niveau de traction maximal moyenné le long de l'interface est nécessairement inférieur à 200MPa. En effet, 2,5GPa est l'amplitude seuil que l'on peut atteindre expérimentalement en surface du substrat sous confinement eau (cf. § 2.1). L'utilisation des effets de propagation bidimensionnelle des ondes dans le substrat permet d'élever ce niveau de traction maximal à près de 700MPa. Cette valeur, suffisante pour décoller des particules, représente donc la traction maximale accessible avec cette source laser.

Les expériences correspondant aux configurations modélisées ont été réalisées afin de corroborer les résultats obtenus par simulation numérique ; les particules présentes sur le substrat ont ainsi été décollées. Indiquant que l'intensité maximale de traction que l'on peut atteindre est suffisante pour décoller les particules. Ces expériences ont aussi montré qu'à intensité identique, le chargement 2D a permis d'atteindre une traction plus importante.

La configuration de chargement 2D a donc été sélectionnée pour décoller les particules et mesurer leur niveau d'adhérence pour la suite de cette étude.

## 2. CALCUL DES CONTRAINTES A L'INTERFACE ENTRE LA PARTICULE ET LE SUBSTRAT

Quelle que soit la configuration de chargement sélectionnée, les contraintes à l'interface entre la particule et le substrat sont uniquement accessibles par simulation numérique. Afin de comprendre l'évolution du niveau de traction à l'interface en fonction de la géométrie de la particule et des paramètres de tir laser, une étude paramétrique a été menée. Si les caractéristiques du laser lui-même sont connues, celles du tir sont moins aisément accessibles. En effet, l'utilisation d'un confinement eau allonge la durée de chargement, augmente l'intensité du choc généré et peut légèrement modifier la répartition spatiale du faisceau. Ces caractéristiques ont déjà été déterminées en 2004 [BOLI04]; néanmoins, la dérive des équipements et des instruments à long terme a pu engendrer des modifications. La première étape a donc été la calibration du tir laser.



## 2.1. Calibration du tir laser

### 2.1.1. Détermination du profil temporel de pression

Le profil temporel d'énergie déposée par le laser à l'interface entre le substrat et le milieu de confinement est mesuré à chaque tir. Toutefois, l'éjection du plasma, dont la réaction provoque la génération de l'onde de choc dans le matériau, entraîne un chargement de pression en surface dont le profil temporel est déformé. De plus, l'utilisation d'un confinement constitué d'eau provoque, entre autre, l'allongement de la durée de ce chargement. Il a donc été nécessaire de déterminer le chargement réel que subit la face avant du substrat lors du tir laser.

#### 2.1.1.1. Méthode expérimentale

Expérimentalement, un tir laser de  $\varphi = 2GW.cm^{-2}$  a été appliqué sur une surface de 4mm de diamètre en face avant d'une plaque d'aluminium de 500 $\mu m$  d'épaisseur (Figure VI-13.a). Un confinement par de l'eau dit « confinement eau » constitué de 5 gouttes (cf. Chapitre 2, § 3.2.1), i.e. d'une épaisseur de 3mm environ, a été ajouté à l'aide d'une seringue. Le système d'interférométrie laser VISAR\* (cf. Chapitre 2, § 2.2.3) a été positionné de manière à mesurer l'évolution temporelle de la vitesse matérielle de face arrière du substrat en vis-à-vis du centre de l'impact.

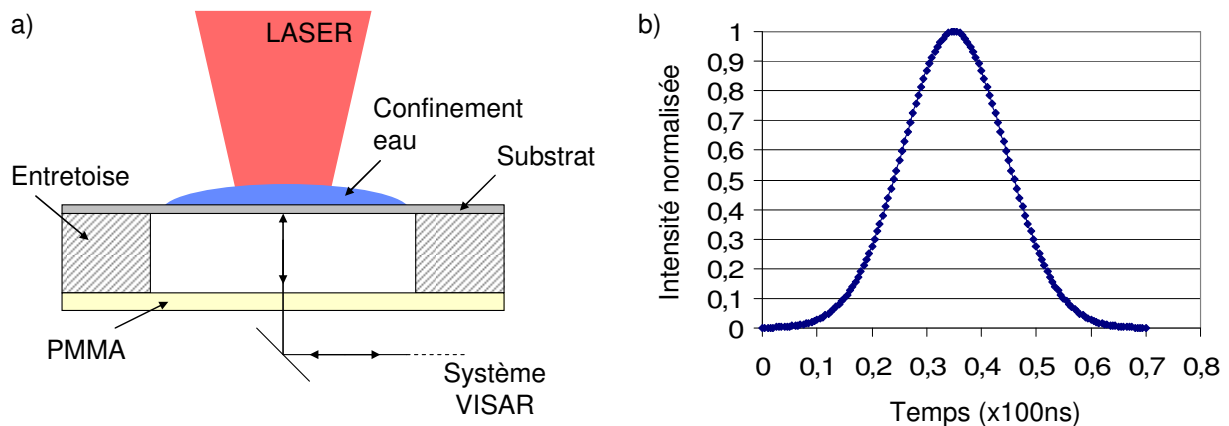


Figure VI-13 : a) Schéma du montage expérimental pour la détermination du profil temporel de pression de chargement et b) profil du dépôt d'énergie normalisé appliqué lors de l'essai

Conjointement, cet essai a été simulé numériquement à l'aide du logiciel hydrodynamique Shylac® (cf. Chapitre 2, § 4.1). La plaque d'aluminium et le confinement eau ont ainsi été modélisés en 1D à l'aide de comportements dont les paramètres sont détaillés en Annexe 1. Un dépôt d'énergie à évolution temporelle gaussienne de 25ns à mi-hauteur a été appliqué à l'interface entre l'eau et le substrat (Figure VI-13.b). Celui-ci constitue en effet une caractéristique connue du laser. L'évolution temporelle de la pression induite sur une fine épaisseur du substrat a ainsi pu être calculée. Cette épaisseur de peau, fixée à 0,5 $\mu m$ , représente la zone d'interaction laser-matière. Le chargement calculé, considéré comme celui réellement subi par la face avant du substrat lors du tir laser, a ensuite constitué le paramètre d'entrée des simulations avec Abaqus®.



L'évolution temporelle de la vitesse de face arrière du substrat provoquée par le chargement laser a également pu être calculée par simulation numérique 2D de l'expérience, à l'aide du logiciel Abaqus®. Les grandes déformations plastiques subies par les matériaux lors du choc ont en effet nécessité l'utilisation de la modélisation bidimensionnelle. La comparaison des profils temporels de vitesse de face arrière mesurés expérimentalement et calculés numériquement ont ainsi permis d'optimiser la détermination du chargement mécanique de la face avant. Pour cela, l'intensité de ce chargement a été fixée par rapport à l'amplitude du premier pic de vitesse de face arrière, puis sa durée à mi-hauteur par rapport à la période des signaux.

#### 2.1.1.2. Résultats et analyse

La simulation numérique du dépôt d'énergie à l'interface entre l'eau et la plaque a été menée et le profil de pression, révélateur du chargement mécanique subi par la face avant du substrat, calculé (Figure VI-14). Le confinement eau provoque l'allongement de la durée du chargement mécanique d'un facteur 1,8 à mi-hauteur. Cela peut être expliqué par le fait que le plasma généré à l'interface fait se propager une onde de choc dans l'eau, depuis l'interface. La réflexion de ce choc en onde de détente sur la surface libre expulse le liquide et libère le plasma. En dessous d'une certaine valeur, l'épaisseur du confinement doit donc influencer sur la durée de la sollicitation mécanique. Afin d'éviter toute perturbation dans l'analyse des résultats et d'assurer une certaine homogénéité, cinq gouttes seront déposées pour chaque expérience de cette étude réalisée avec un confinement eau.

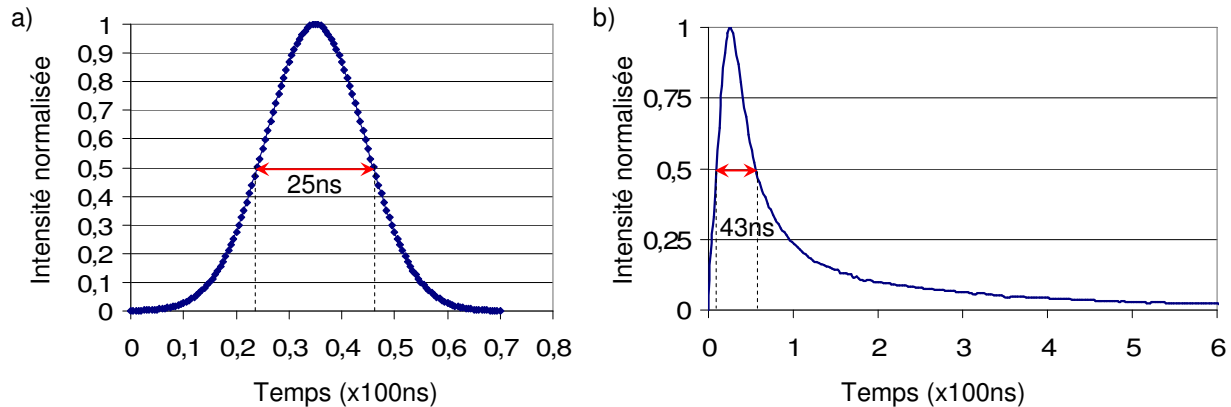


Figure VI-14 : Profils temporels normalisés a) du dépôt d'énergie et b) de la pression de chargement, appliqués lors de l'essai

Les signaux de vitesse de face arrière mesurés expérimentalement et simulés numériquement de manière bidimensionnelle ont été comparés (Figure VI-15.a). L'intensité de la pression de face avant a été déterminée par correspondance des amplitudes du premier pic de vitesse. Ainsi, Le flux de  $2\text{GW.cm}^2$  appliqué sur une surface de 4mm de diamètre a induit un chargement de 1,35GPa en surface.

Le profil de vitesse de face arrière s'est révélé sensible aux variations du profil de chargement. Ce dernier a été légèrement modifié afin de faire correspondre au mieux les signaux numérique et expérimental (Figure VI-15.b). Le profil n°2, dont la détente finale est sensiblement plus rapide que celle du profil calculé à l'aide du logiciel Shylac, a été retenu pour cette étude.

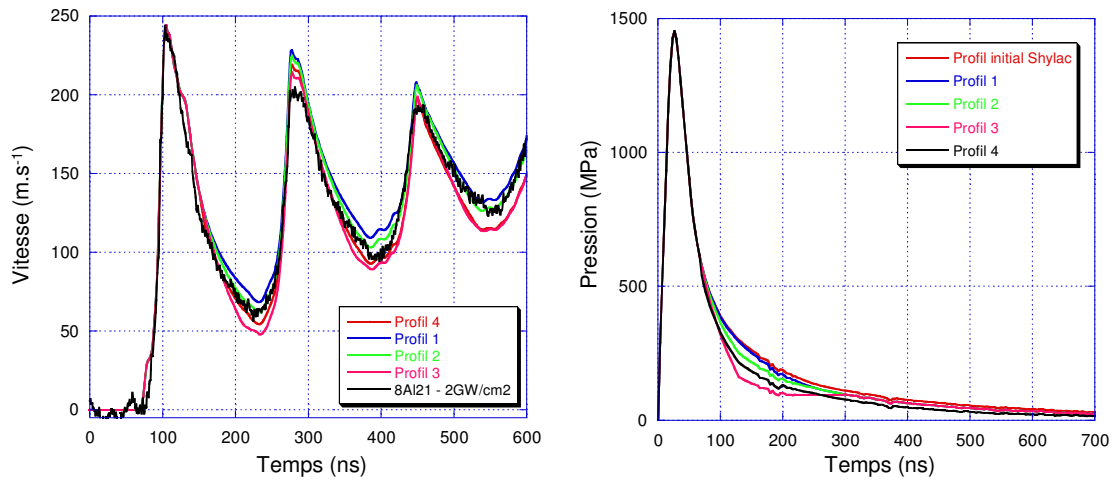


Figure VI-15 : a) Signaux de vitesse de face arrière mesurés expérimentalement et simulés numériquement de manière bidimensionnelle et b) profils de chargement correspondants

### 2.1.2. Répartition spatiale du chargement

La couronne de la tache focale affectée par la déperdition d'énergie a été mise en évidence expérimentalement. Pour cela, un papier thermique a été positionné à la place de la cible et un tir a été réalisé avec un faisceau atténué à 95% afin d'éviter que le papier ne soit détérioré. Un confinement constitué de cinq gouttes d'eau a été utilisé. Les variations de couleurs de la tache observée ont permis d'estimer les dimensions de la zone affectée (Figure VI-16).

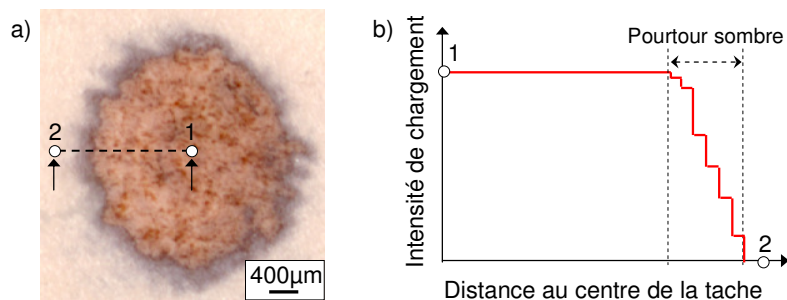


Figure VI-16 : a) Image du spot laser focalisé et atténué sur du papier thermique et b) profil spatial de l'intensité de chargement correspondante

Le choc laser a brûlé le papier, laissant visible un disque bruni. Le pourtour sombre de cette zone était représentatif de la diminution latérale de l'énergie. Celui-ci a été mesuré sur une couronne d'environ 300µm de largeur. Ainsi, dans l'ensemble des simulations numériques de cette étude, le diamètre de tache focale annoncé comprendra cette couronne, divisée en 6 parties de 50µm auxquelles un coefficient d'atténuation a été attribué (Tableau VI-1). Cette analyse reste malgré tout approximative, dépendant de la sensibilité du papier utilisé. En revanche, les coefficients d'atténuation ont été optimisés de manière à faire correspondre, le mieux possible, les signaux expérimentaux de vitesse de face arrière avec ceux calculés numériquement. Cette comparaison a été réalisée à partir d'une configuration de chargement 2D sur de l'aluminium monolithique.

Distance à l'axe (µm)	1400	1450	1500	1550	1600	1650	1700
Intensité du chargement 2 (%)	100	98	95	70	50	33	10

Tableau VI-1 : Répartitions spatiales du chargement mécanique engendré par le faisceau laser lors de l'essai d'adhérence par choc laser

Une analyse plus fine de cette atténuation pourrait être menée en couplant simulations numériques et mesures expérimentales de vitesses à l'aide d'un système VISAR<sup>\*</sup> multipoints. La correspondance des signaux de vitesses de points répartis sur la face arrière de la plaque permettrait la détermination précise du profil spatial de chargement.

### 2.1.3. Etalonnage de la Pression de surface en fonction du flux laser

Le paramètre de tir laser contrôlé est la quantité d'énergie déposée à l'interface entre le substrat et le confinement sur une surface connue pendant une durée mesurée par un oscilloscope à déclenchement automatique. Ce dernier mesure la durée à mi-hauteur du profil temporel gaussien de ce paramètre (cf. § 2.1.1.1). A partir de cela, le flux déposé peut être calculé. Cependant, le calcul des contraintes à l'interface entre la particule et le substrat nécessite la connaissance de l'intensité de chargement. La calibration du tir laser revient donc à relier cette pression maximale atteinte en face avant en fonction du flux utilisé.

#### 2.1.3.1. Méthode expérimentale

Le dispositif expérimental décrit au paragraphe 2.1 a été utilisé pour réaliser des tirs à différents flux, compris entre 0,5 et 9GW.cm<sup>2</sup>. Pour cela, différents diamètres de tache focale et différentes atténuations de faisceau ont été appliqués afin de solliciter des plaques d'aluminium dont l'épaisseur variait entre 100 et 500µm. Un confinement par cinq gouttes d'eau a été appliqué. Pour chaque tir, le signal de vitesse de face arrière de la plaque sollicitée a été acquis.

La simulation numérique 2D des expériences correspondantes a été réalisée à l'aide du logiciel Abaqus®, dont le paramètre d'entrée de la sollicitation est la pression appliquée en face avant. L'évolution temporelle de la vitesse de face arrière a été calculée pour être comparée à celle mesurée expérimentalement. L'intensité de chargement a ainsi été modifiée dans les simulations numériques jusqu'à la correspondance de l'amplitude du premier pic des signaux.

#### 2.1.3.2. Résultats et analyse

L'amplitude du premier pic du signal de vitesse de face arrière mesuré expérimentalement, représentatif du débouché de la première onde de choc sur la face arrière du substrat, a été comparée à celui calculé numériquement (Figure VI-17.a). En effet, cette onde qui n'a pas subi d'amortissement ou d'effet de propagation bidimensionnelle est aisément détectable par le système VISAR<sup>\*</sup>. Chaque expérience réalisée puis simulée numériquement a permis de construire un point de la courbe représentant la pression maximale atteinte en face avant en fonction du flux laser (Figure VI-17.b).

Au delà de 7GW.cm<sup>2</sup>, la pression de chargement s'effondre car le seuil de claquage du milieu de confinement, autour de 6GW.cm<sup>2</sup> pour l'eau, est atteint. Le confinement n'est alors plus transparent pour la longueur d'onde du laser et le plasma est généré à sa surface libre. Entre 5,5 et 6,5 GW.cm<sup>2</sup>, un comportement chaotique est observé. Pour ces flux proches du seuil de claquage, le plasma responsable de l'établissement de l'onde de choc peut être généré dans les zones les moins transparentes du confinement, plus ou moins éloignée de l'interface. La pression de face avant diminue alors fortement.

Une courbe à tendance logarithmique pourrait être appliquée à ces quelques points entre 0 et 6GW.cm<sup>2</sup>. Le coefficient de détermination de celle-ci serait alors de 0,978. Pour mener cette analyse, une douzaine de tirs ont été réalisés. Les résultats pourraient être affinés par la réalisation de nombreux tirs donc par une approche statistique.

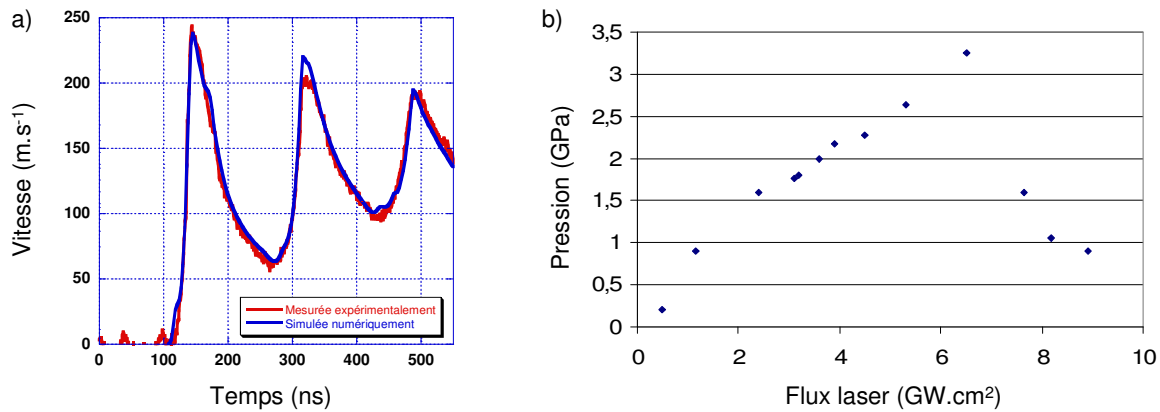


Figure VI-17 : a) comparaison du signal de vitesse de face arrière obtenu expérimentalement et calculé numériquement et b) courbe d'étalonnage Pression-Flux déterminée

Ces résultats ont permis de vérifier que le chargement maximal de la face avant du substrat accessible avec cette source laser serait compris entre 2,5 et 2,8GPa.

De manière à s'assurer que la contrainte calculée à l'interface entre la particule et le substrat est bien représentative, chaque expérience de tir laser est accompagnée d'une mesure de vitesse de face arrière par VISAR\*. Dans la suite de cette étude, l'intensité réelle de chargement sera alors recalculée en fonction de la correspondance entre simulation et expérimentation.

De plus, la pression maximale atteinte pour un flux donné dépend de l'interaction laser-matière donc de la nature du substrat. Afin d'éviter toute erreur dans la suite de l'étude, des plaques d'aluminium pur ont été utilisées pour ces expériences.

## 2.2. Calcul des contraintes

Le modèle de chargement 2D sur une particule 2D a été utilisé afin d'étudier l'influence des paramètres de l'expérience sur le niveau de traction généré à l'interface. Ainsi, dans la modélisation numérique, le flux laser, le diamètre de tache focale, la géométrie de la particule et la position de la particule par rapport au centre de la tache focale laser ont été modifiés. L'analyse de ces paramètres a été menée afin de déterminer des optimums pour les expériences, d'une part, et de mieux apprécier la limite de validité des hypothèses posées, d'autre part. Pour l'ensemble des études paramétriques, un modèle axisymétrique similaire à celui décrit au paragraphe 1.2.2 de ce chapitre a été utilisé. Des modifications par rapport au paramètre étudié lui ont dans chaque cas été apportées.

### 2.2.1. Influence de la géométrie de la particule

#### 2.2.1.1. Modèle de simulation

Parce que l'essai d'adhérence LASAT\* est sensible à la morphologie des interfaces, des particules de cuivre de différentes tailles et morphologies enchâssées dans un substrat d'aluminium de 2,7mm d'épaisseur ont été modélisées. Ainsi, des particules sphériques et ovales présentant un enfoncement plus ou moins prononcé ont été considérées (Figure VI-18). Avec des diamètres compris entre 15 et 60 $\mu$ m, ces morphologies étaient représentatives de l'aspect des particules après projection. Cette modélisation a ainsi permis d'étudier l'influence de la taille, de l'enfoncement et de la morphologie des particules sur le niveau de sollicitation à l'interface. Ce niveau atteint au cours du temps a été calculé en moyenne sur l'ensemble de l'interface. La face avant du substrat a été sollicitée sur un rayon de 1,85mm avec une pression de surface de 2,5GPa.

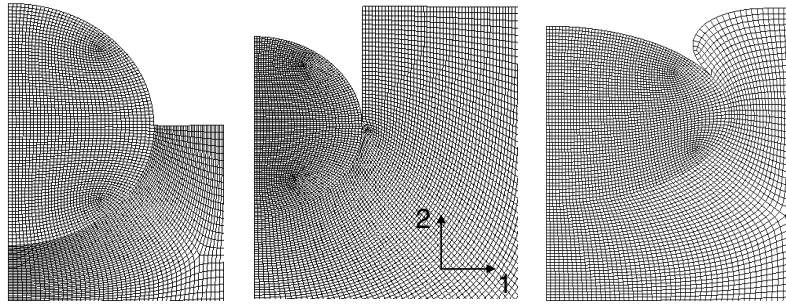


Figure VI-18 : Morphologie initiale des particules éprouvées numériquement par essai d'adhérence LASAT\*

#### 2.2.1.2. Résultats et analyse

##### 2.2.1.2.1. Influence de la profondeur des particules

L'évolution temporelle de la contrainte à l'interface d'une particule sphérique de  $60\mu\text{m}$  de diamètre peu enfoncée dans le substrat a été calculée et comparée à celle d'une particule de même dimension, enchâssée profondément (Figure VI-19).

Cette différence de profondeur provoque un faible décalage temporel de la sollicitation de l'interface et une légère atténuation de l'intensité. En effet, le choc parcourt quelques dizaines de microns supplémentaires dans le cas de la particule peu enchâssée, qui présente une interface plus proche de la face arrière du substrat. De plus, le croisement des ondes incidente et réfléchie survient plus proche de l'interface, atténuant ainsi légèrement la sollicitation. De manière similaire, les poches de traction 1D et 2D se forment et croisent visiblement plus loin de l'interface, diminuant ainsi leur intensité lors de leur passage à travers l'interface. Il doit donc exister une profondeur optimale pour laquelle la traction à l'interface est maximale, entre la zone de création de la poche 1D et celle du croisement entre les poches 1D et 2D. Toutefois, une profondeur trop importante pourrait augmenter considérablement le niveau d'adhérence de la particule par ancrage mécanique et l'intensité de traction atteinte à l'interface ne suffirait probablement plus.

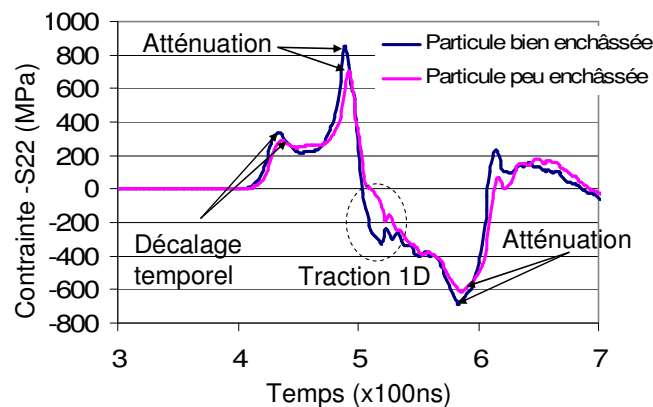


Figure VI-19 : Evolution temporelle du niveau de contrainte moyenné sur l'interface pour des particules peu et bien enchâssées

##### 2.2.1.2.2. En fonction du diamètre des particules

Les évolutions temporelles de la contrainte à l'interface de particules de  $15$ ,  $30$  et  $60\mu\text{m}$  de diamètre, présentant le même enfoncement prononcé, ont été comparées (Figure VI-20).

Si les phénomènes physiques de propagation restent identiques à ceux évoqués au paragraphe 1.2, cette différence de taille provoque une atténuation de l'intensité de la

sollicitation de l'interface. En effet, La traction engendrée par les effets 2D varie d'environ 30% lorsque le diamètre est modifié de 50%. En revanche, la géométrie de cette poche étant indépendante de la taille de la particule, la durée de sollicitation par son passage à travers l'interface est identique pour les trois diamètres. L'intensité de la traction induite par les effets 1D n'évolue presque pas puisqu'elle est le résultat de l'interaction entre deux ondes de détente peu dépendantes de la géométrie de la particule. Néanmoins, la durée de cette sollicitation varie notablement. En effet, cette traction est maintenue tant que la réflexion sur la face arrière de la particule de l'onde de détente précédant cette poche 1D ne repasse pas à travers l'interface. Plus la particule est de petite dimension, moins cette sollicitation dure et moins la superposition des effets 1D et 2D est effective.

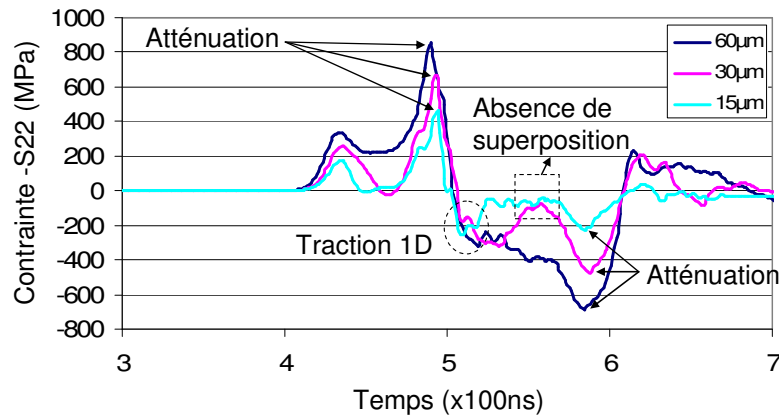


Figure VI-20 : Evolution temporelle du niveau de contrainte moyenné sur l'interface pour des particules de 15, 30 et 60 µm de diamètre

Il doit donc exister une taille critique de particule, entre 30 et 60 µm, à partir de laquelle la superposition des effets 1D et 2D à l'interface existe. Ce phénomène indique que pour les particules les plus adhérentes, il doit être plus aisé de mesurer ce niveau d'adhérence pour certaines classes de particules. D'autre part, le mode de sollicitation est différent pour les petites, qui subissent deux sollicitations de faible durée, et les grosses particules qui subissent une sollicitation de longue durée. Dépendant du critère choisi pour mesurer le niveau d'adhérence des particules, ce dernier pourrait devenir comparable uniquement pour des particules de même diamètre.

#### 2.2.1.2.3. Influence de l'écrasement des particules

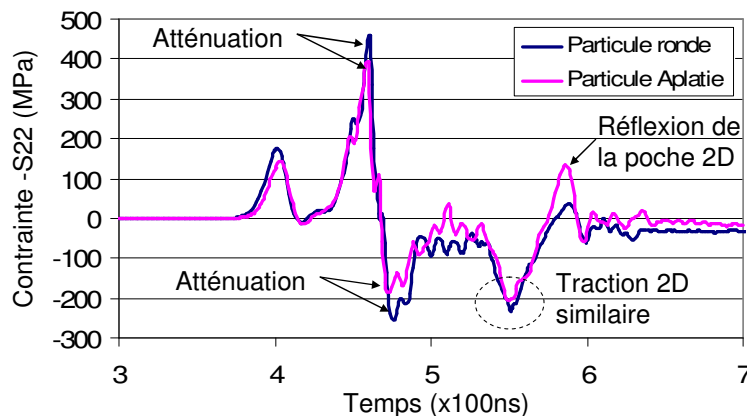


Figure VI-21 : Evolution temporelle du niveau de contrainte moyenné sur l'interface pour des particules aplaties et rondes



Les évolutions de la contrainte à l'interface de deux particules de diamètre initial de  $15\mu\text{m}$ , l'une sphérique et l'autre de forme elliptique, ont été comparées (Figure VI-21).

L'écrasement de la particule induit une diminution de son diamètre selon l'axe vertical. Cela en réduit la durée de la sollicitation 1D, comme décrit dans le paragraphe précédent. De plus, le recouvrement des bords de la particule par le substrat modifie la propagation des ondes, atténuant ainsi l'intensité de la traction 1D et amplifiant celle de la compression induite par la réflexion de la poche 2D sur la face arrière. L'écrasement, influençant la traction uniquement provoquée par les effets 1D, représente donc un paramètre à prendre en compte pour la mesure du niveau d'adhérence des particules.

## 2.2.2. Influence du flux laser

### 2.2.2.1. Modèle de simulation

Une particule de cuivre largement déformée de  $15\mu\text{m}$  de diamètre située sur l'axe de symétrie du système a été modélisée (Figure VI-22). Assimilée à une ellipse, la morphologie de cette dernière a été choisie proche de celle obtenue par simulation numérique après l'impact à grande vitesse sur le substrat (cf. Chapitre 4). Cette particule était enchâssée dans un substrat d'aluminium de  $2,7\text{mm}$  d'épaisseur qui la recouvrait partiellement. La face avant a été sollicitée sur un rayon de  $1,85\text{mm}$  avec une pression de surface variable, comprise entre  $0,2$  et  $3\text{GPa}$ . Ces chargements, qui correspondent à des flux laser compris entre  $0,5$  et  $6\text{GW.cm}^2$  (cf. § 2.1.3) ont permis l'étude de l'influence de l'intensité de chargement sur le niveau de contrainte induit à l'interface. Ce niveau de sollicitation atteint au cours du temps a été calculé en moyenne sur l'ensemble de l'interface.

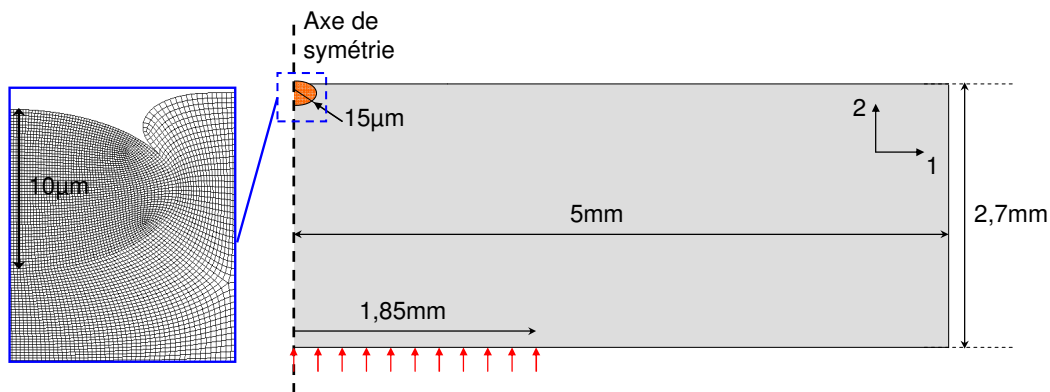


Figure VI-22 : Modèle de simulation numérique d'une particule de  $15\mu\text{m}$  de diamètre légèrement enchâssée et aplatie

### 2.2.2.2. Résultats et analyse

L'évolution temporelle du niveau de chargement à l'interface a été calculée (Figure VI-23.a). La proximité de l'interface et de la face arrière du substrat, induit par la morphologie écrasée, implique un niveau de contrainte fortement atténué par rapport aux particules plus larges (cf. § 2.2.1). Pour différents flux, l'intensité maximale et la durée temporelle à mi-hauteur de la traction engendrée par les effets 1D et 2D ont été comparées (Figure VI-23.b). La traction maximale générée à l'interface est favorisée par la pression de chargement et, par conséquent, le flux laser.

Au delà du seuil de  $1\text{GPa}$  de chargement, la traction induite par les effets 2D permet de solliciter l'interface. Cela indique que, pour des chargements de plus faible intensité, la poche

de traction en amont de l'interface est fortement atténuée par sa propagation bidimensionnelle. Au-delà de 2,4GPa de chargement, elle devient prépondérante par rapport à celles induites par les effets 1D. Même si l'interaction de la poche 2D avec la réflexion de l'onde de choc sur la face arrière du substrat s'effectue loin de l'interface, l'intensité de la poche est suffisamment élevée pour solliciter convenablement la particule.

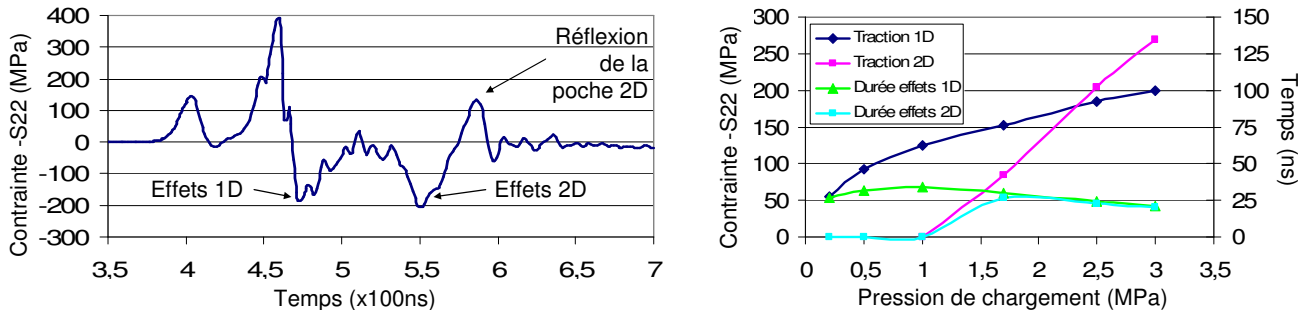


Figure VI-23 : a) Evolution temporelle de la contrainte moyennée sur l'interface et b) évolution de la contrainte et de la durée d'interaction en fonction de la pression de chargement en face avant

En revanche, la durée de sollicitation n'évolue que très peu en fonction du niveau de chargement. Cette faible variation par rapport à la durée de sollicitation engendrée par la superposition des effets 1D et 2D (cf. § 1.2.3) permet de la supposer constante.

Ces résultats indiquent que le niveau maximal de sollicitation des petites particules est inférieur à 270MPa. Si cette intensité ne convenait pas, des expériences sous vide pourraient être envisagées afin de repousser le seuil de claquage du milieu de confinement et d'appliquer ainsi un chargement en face avant du substrat bien supérieur à 3GPa.

### 2.2.3. Influence du diamètre de tache focale

#### 2.2.3.1. Configuration du modèle numérique

Une particule de cuivre fortement déformée de 15 $\mu$ m de diamètre située sur l'axe de symétrie du système a été étudiée (cf. § 2.2.1). Cette particule était enchâssée dans un substrat d'aluminium de 2,7mm d'épaisseur la recouvrant partiellement et dont la face avant de ce dernier a été sollicitée sur un rayon variable, compris entre 1,5 et 2,25mm, avec une pression de surface de 2,5GPa. Ces diamètres de tache, dont l'utilisation a provoqué des effets 2D par propagation bidimensionnelle des ondes, ont permis d'étudier l'influence du diamètre de tache focale sur le niveau de sollicitation généré à l'interface entre la particule et le substrat. Ce niveau atteint au cours du temps a été calculé en moyenne sur l'ensemble de l'interface.

#### 2.2.3.2. Résultats et analyse

Pour chaque diamètre de tache considéré, l'évolution temporelle du niveau de chargement à l'interface a été calculée. L'intensité maximale et la durée temporelle à mi-hauteur de la traction induite par les effets 1D et 2D ont été comparées (Figure VI-24).

La durée de sollicitation évolue très peu en fonction du diamètre de la tache focale et des effets considérés. Entre 1,7 et 1,9mm, les effets 2D sont prépondérants par rapport aux effets 1D. Au-delà de cet intervalle, le chargement tend à devenir à caractère 1D et la traction 2D diminue fortement alors que la traction 1D stagne. En dessous, la poche de traction 2D se forme trop en amont de l'interface et perd en intensité lors de sa propagation dans le sillage de l'onde de choc.



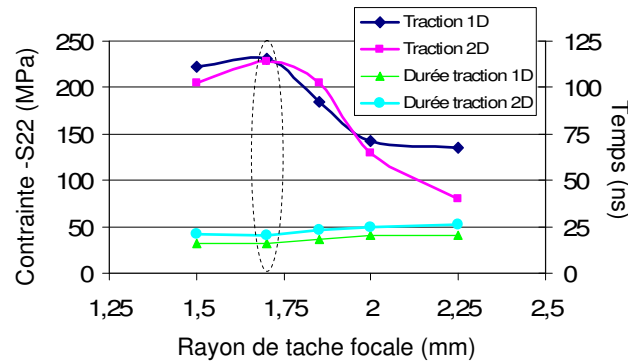


Figure VI-24 : évolution de la contrainte et de la durée d'interaction en fonction du diamètre de tache focale

Un maximum de traction, résultant à la fois des effets 1D et 2D, est observé pour un rayon de 1,7mm. Cette valeur sera donc conservée pour les expériences visant à décoller les particules et à déterminer leur niveau d'adhérence. Pour la mesure du niveau d'adhérence des particules, la tache focale sera par conséquent composée d'une zone centrale de 1,4mm de rayon sur laquelle le flux sera maximal et d'une zone périphérique de 300 $\mu$ m sur laquelle le flux diminuera par paliers de 50 $\mu$ m, selon les coefficients déterminés au paragraphe 2.1.2 de ce chapitre.

## 2.2.4. Influence de la position de la particule par rapport au centre de la tache

### 2.2.4.1. Configuration du modèle numérique

Plusieurs particules sphériques de cuivre de 60 $\mu$ m de diamètre ont été enchâssées dans un substrat d'aluminium de 2,7mm d'épaisseur. Ces particules étaient réparties de manière homogène sur la face arrière du substrat sur un rayon de 1,4mm afin d'étudier l'influence de la position de la particule par rapport au centre du laser sur la contrainte à l'interface (Figure VI-25). La face avant du substrat a été sollicitée sur un rayon de 1,7mm avec une pression de surface de 2GPa. Pour chaque particule, le niveau de sollicitation atteint au cours du temps a été calculé en moyenne sur l'ensemble de l'interface.

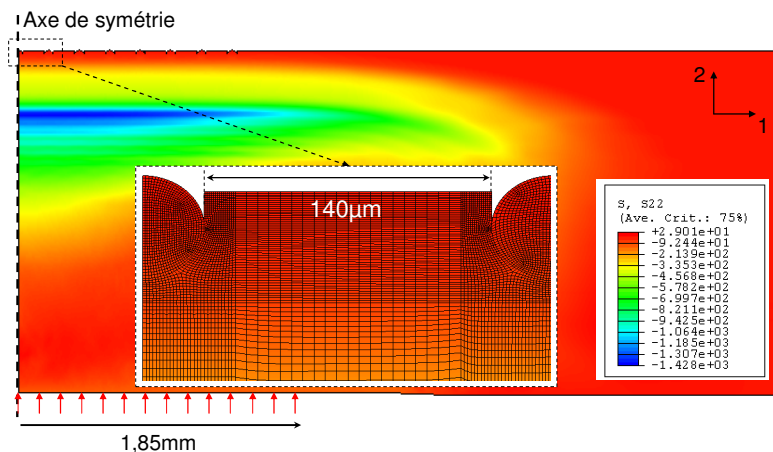


Figure VI-25 : Modèle de simulation numérique de particules de 60 $\mu$ m de diamètre réparties sur la face arrière

### 2.2.4.2. Résultats et analyse

L'évolution temporelle des niveaux de contrainte générés aux interfaces a été calculée et comparée pour chaque particule, numérotée de 1 à 8 du centre vers la périphérie (Figure VI-26.a et b). Quelle que soit la position de la particule par rapport au centre de la tache laser,

le niveau de traction engendré par les effets 1D est identique. En revanche, la superposition des effets 1D et 2D du chargement est moins intense voire inexistante pour les particules situées en périphérie. En effet, le rayon de la poche de traction 2D générée par la propagation bidimensionnelle des ondes dans le substrat est bien inférieur à 1,4mm. Néanmoins, le niveau de sollicitation maximal en traction est similaire pour les cinq particules situées proche du centre de la tache laser. Une zone d'observation de 800 $\mu$ m de diamètre pour l'analyse du décollement des particules sera alors définie dans cette étude.

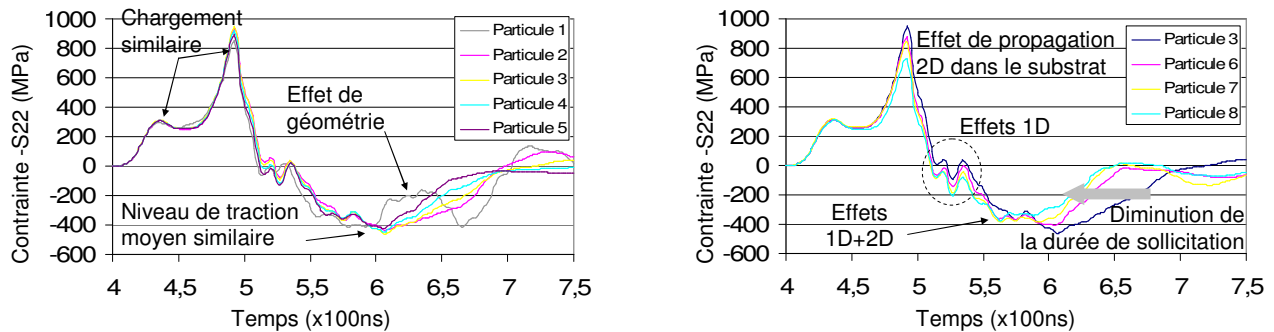


Figure VI-26 : Evolution temporelle de la contrainte moyennée sur l'interface en fonction de la position des particules

D'autre part, la géométrie de cette poche 2D, plus large sur l'axe que sur les bords, induit un chargement en traction plus long au centre de la tache laser qu'en périphérie. Cette durée de chargement en traction à mi-hauteur varie entre 140ns et 72ns. Cette durée de chargement ne peut donc pas être considérée identique sur une zone de 800 $\mu$ m de rayon.

Dans la suite de cette étude, le décollement des particules sera considéré indépendant de la durée de la sollicitation. Seul le seuil maximal de traction, moyenné le long de l'interface, servira à la détermination du niveau d'adhérence des particules. Afin de limiter l'erreur engendrée par cette approximation, des zones de 800 $\mu$ m sur lesquelles la durée de sollicitation diminue de 30% environ seront analysées.

L'effet de la durée de sollicitation pourrait toutefois être analysé par comparaison de deux zones, l'une centrale et l'autre en périphérie, pour deux intensités de sollicitation maximale identiques. Pour cela, deux tirs à flux différents seraient nécessaires afin de faire correspondre le niveau de chargement de la zone centrale pendant la durée  $t_1$  avec celui de la zone en périphérie pendant la durée  $t_2$ .

D'autre part, l'analyse de zones localisées plus loin du centre de la tache laser permettrait de considérer de faibles durées de sollicitation, laissant ainsi accès à la comparaison avec les particules de diamètre bien inférieur. Les intensités de chargement correspondantes à une sollicitation interfaciale identique devront dans ce cas être prédéterminées en conséquence.

## 2.2.5. Influence du lieu de l'interface

### 2.2.5.1. Configuration du modèle numérique

Une particule sphérique de cuivre de 60 $\mu$ m de diamètre a été enchâssée dans un substrat d'aluminium de 2,7mm d'épaisseur. La face avant de ce dernier a été sollicitée sur un rayon de 1,85mm avec une pression de surface de 2,5GPa. Une cinquantaine de « capteurs » numériques ont été répartis de manière homogène le long de l'interface afin d'étudier l'évolution spatiale du niveau de contrainte atteint (Figure VI-27).

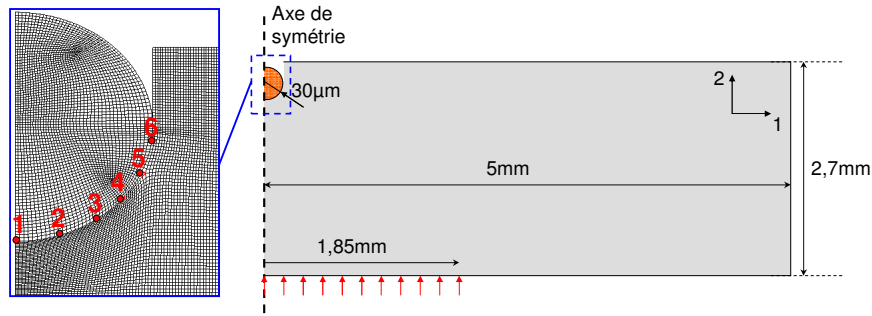
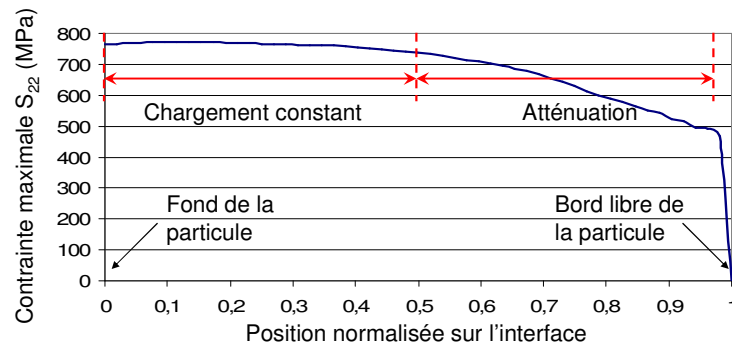


Figure VI-27 : Modèle de simulation numérique d'une particule de 60µm de diamètre

### 2.2.5.2. Résultats et analyse

Les évolutions temporelles du niveau de contrainte en chaque capteur ont été calculées et comparées. Les niveaux de contrainte  $S_{22}$  maximale atteints ont été reportés sur un graphique en fonction de la distance séparant le point de l'interface considéré et l'axe de symétrie (Figure VI-28). Ces données n'indiquent donc pas à quel instant ce niveau maximal de traction a été atteint en chaque point. Toutefois, les extrémités n'étant espacées que d'une soixantaine de microns tout au plus, l'intensité maximale a été supposée atteinte au même instant en tous points de l'interface.

Figure VI-28 : Evolution de la contrainte maximale  $S_{22}$  atteinte en fonction de la position sur l'interface

Sur la calotte formée par le fond de l'interface, représentant en coupe 50% de la surface de contact, l'intensité maximale de la traction varie de 5%. Sur cette zone, le chargement peut donc être considéré comme constant. Sur le reste de l'interface, ce seuil diminue progressivement jusqu'à 65% de la valeur maximale avant de devenir nul en périphérie, à l'interface entre la particule, le substrat et l'air.

Les principaux phénomènes physiques responsables de l'adhérence qui se produisent pendant l'impact ont été observés proche de la zone intermédiaire (cf. Chapitre 5, § 1.2). Si la particule s'est décollée pendant l'essai d'adhérence, le niveau de traction responsable a donc été supposé proche de celui de cette zone donc du fond de la particule. En effet, la rupture à l'interface a été considérée comme binaire, i.e. totale ou absente, conférant aux matériaux un comportement fragile proche de l'interface.

## 2.3. Conclusion

Pour l'essai d'adhérence par choc laser, la traction atteinte à l'interface est uniquement accessible via la simulation numérique. Afin de s'assurer de la cohérence des niveaux calculés, les paramètres de tir ont été calibrés à partir d'une donnée du laser: le profil du dépôt d'énergie dont l'évolution temporelle est gaussienne. Pour cela, expériences et simulations

numériques ont été menées conjointement. Ainsi, le profil temporel de pression de chargement subi par la face avant du substrat lors de l'éjection du plasma ainsi que son intensité en fonction du flux laser ont été déterminés. De plus, une atténuation spatiale représentative en périphérie de tache focale favorisée par les effets de bord a été prise en compte.

Afin de comprendre l'influence des paramètres de tir laser et de la géométrie des particules sur le niveau de traction généré à l'interface, une étude paramétrique par simulation numérique a été menée.

La sensibilité de l'essai d'adhérence par choc laser à la morphologie des interfaces a été mise en évidence par la modification de la taille, de la profondeur de pénétration et de l'écrasement des particules. L'influence des deux derniers paramètres s'est toutefois révélée faible devant celle du premier. De plus, cet essai d'adhérence étant local, des zones d'environ 800µm de diamètre sont analysées. Sur ces dimensions, des particules de diamètre identique sont projetées dans des conditions similaires et présentent par conséquent une morphologie identique. L'hypothèse selon laquelle seul le diamètre de la particule influe de manière significative sur l'intensité de la sollicitation a donc été posée pour la mesure du niveau d'adhérence des particules, dans la suite de cette étude.

Le diamètre de tache focale et le flux laser ont également été modifiés afin d'estimer la traction maximale susceptible d'être atteinte à l'interface. Celle-ci étant une fonction croissante du flux laser utilisé, une tache focale de 3,4mm de diamètre s'est révélé constituer le couple optimal pour une épaisseur de substrat de 2,7mm.

### 3. NIVEAU D'ADHERENCE DES PARTICULES

Lors de l'essai d'adhérence par choc laser, un niveau élevé de traction est généré à l'interface entre la particule et le substrat pendant plusieurs dizaines de nanosecondes. Dépendant de la géométrie et des paramètres de tir (cf. § 2), cette intensité a suffi à désolidariser des particules, initialement adhérentes au substrat.

Favorisant les interactions métallurgiques et l'adhérence mécanique locale, l'adhérence de la couche d'oxyde ou l'ancrage de la particule, les conditions d'impact lors de la projection influenceraient le niveau d'adhérence des particules. Afin de mettre en évidence cette dépendance, une méthode d'estimation de ce seuil a été élaborée.

#### 3.1. Méthode de détermination du niveau d'adhérence

Une méthode expérimentale a été établie pour estimer le niveau d'adhérence des particules élémentaires. Le substrat de 2,7mm d'épaisseur, sur la face arrière duquel sont déposées les particules, a été positionné en vis-à-vis d'une plaque de PMMA (Figure VI-29). La face avant du substrat a été irradiée sur une surface de 1,7mm de rayon afin de générer un chargement 2D optimal (cf. § 2.2.3).

Le décollement des particules a été détecté de manière post-opératoire par observation microscopique. Pour cela, des cartographies de la zone sollicitée avant et après tir laser ont été comparées.

La contrainte générée à l'interface a été calculée numériquement via les simulations développées précédemment. Puisque le flux laser a été corrélé à l'intensité de la pression de chargement en face avant du substrat (cf. § 2.1.3), le niveau de contrainte calculé à l'interface a été supposé cohérent. Toutefois, afin d'éviter les erreurs d'incertitude ou de reproductibilité,

une seconde mesure expérimentale via le système VISAR\* a donné la possibilité de recalibrer les simulations lors de chaque tir. Celui-ci, usuellement utilisé pour mesurer la vitesse de face arrière des revêtements, a permis d'acquérir la vitesse de face arrière du substrat. En effet, le diamètre du faisceau du laser Verdi étant bien plus large que le diamètre des particules, et vu le caractère sphérique de la surface libre des particules, toute mesure de vitesse des particules aurait été impossible. Lors des simulations numériques, la vitesse calculée de la face arrière du substrat a donc été recalée sur celle mesurée expérimentalement (Figure VI-29).

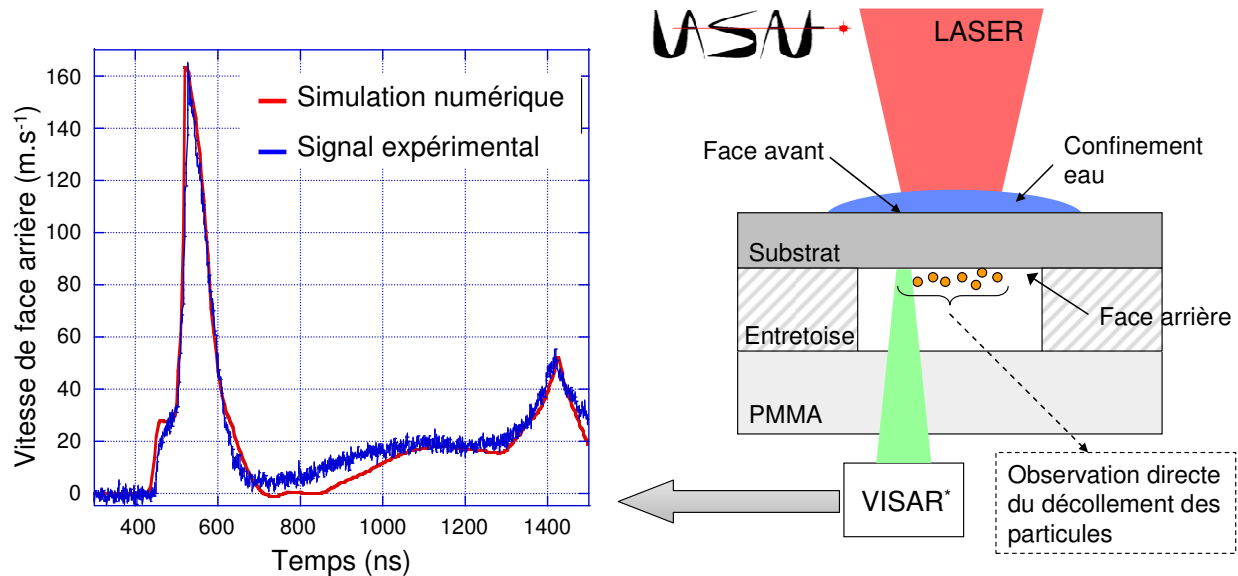


Figure VI-29 : Schéma du protocole expérimental pour la détermination du niveau d'adhérence des particules

Puisque la traction générée à l'interface s'est révélée sensible à l'intensité du chargement mécanique en face avant et donc au flux laser appliqué, ce dernier a été diminué jusqu'à ce que les particules ne se soient plus décollées. Le niveau d'adhérence des particules a alors été atteint (Figure VI-30). Pour un repérage plus aisé des particules décollées dans la zone sollicitée, cette dernière a été marquée au feutre avant l'essai d'adhérence.

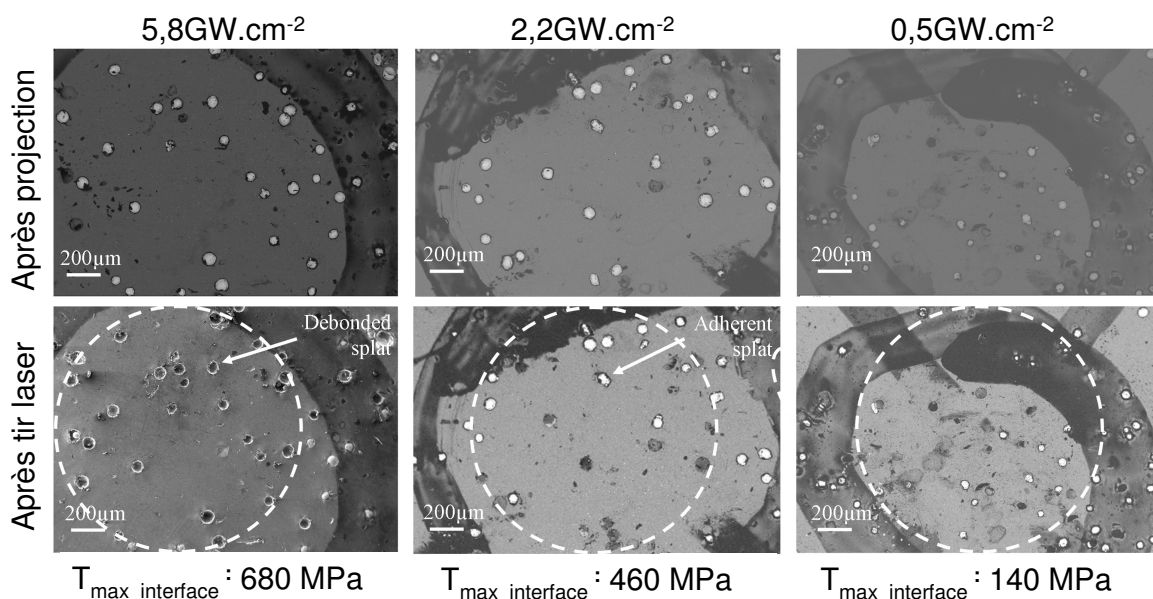


Figure VI-30 : Cartographies MEB\* avant et après choc laser pour différentes intensités de tir

Pour une zone observée, le niveau d'adhérence des particules peut être défini de différentes manières : la sollicitation minimale pour laquelle toutes les particules de la zone sont décollées, la sollicitation maximale pour laquelle aucune particule n'est décollée, ou encore la sollicitation pour laquelle un pourcentage donné des particules sont décollées. La dernière définition avec un taux de décollement d'environ 50% sera appliqué ici.

Les résultats pourraient être affinés en sélectionnant uniquement des particules de même diamètre lors de la projection. A conditions d'impact identiques, ces particules présenteraient un niveau d'adhérence similaire sur la zone observée. Ainsi, quel que soit le flux sélectionné, l'essai d'adhérence serait binaire, présentant soit une zone entièrement dépourvue de particule, soit une zone de particules adhérentes. Les trois définitions convergent alors vers une unique valeur, l'unique niveau d'adhérence des particules.

### 3.2. Influence de la vitesse d'impact

Pour étudier l'influence de la vitesse d'impact des particules sur leur adhérence au substrat, trois catégories de particules de large diamètre, i.e. 60 $\mu$ m en moyenne, ont été considérées. Les premières ont été obtenues avec les conditions de projection les plus intenses, 3MPa et 600°C engendrant des vitesses d'impacts de l'ordre de 390m.s<sup>-1</sup> (cf. Chapitre 3, § 2.2.4); les autres ont correspondu à des particules projetées à 320m.s<sup>-1</sup> et 250m.s<sup>-1</sup> environ, projetées respectivement sous 3MPa et 400°C et 2MPa et 400°C. L'analyse du décollement des particules par des sollicitations à différents flux laser a été menée afin d'établir le seuil d'adhérence des particules en fonction de leur vitesse d'impact (Figure VI-31). Les particules ont été considérées adhérentes en moyenne tant que 50% de celles présentes dans la zone observée n'avaient pas été arrachées du substrat.

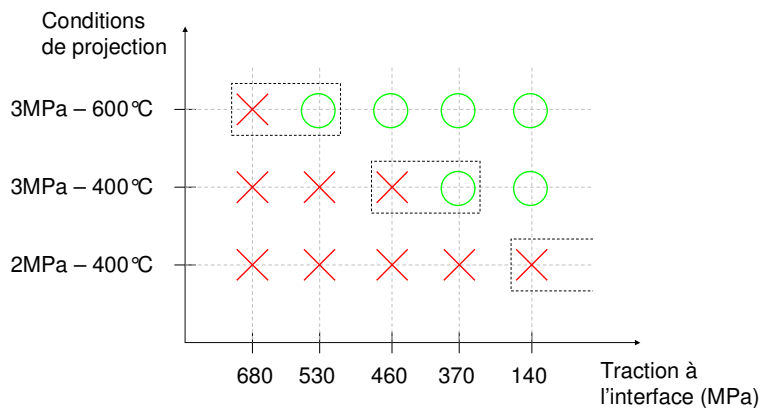


Figure VI-31 : Tableau d'adhérence des larges particules en fonction des conditions de projection

Les particules projetées sur le substrat à environ 390m.s<sup>-1</sup> présentent un seuil d'adhérence compris entre 530 et 680MPa comparativement à celles projetées à environ 340m.s<sup>-1</sup> dont le seuil est déterminé entre 370 et 460MPa. Le très faible niveau d'adhérence des particules à faible vitesse d'impact ne peut être estimé précisément. Toutefois, celui-ci est bien inférieur à 140MPa, niveau de traction calculé par simulation numérique de chargement 1D correspondant à un flux de 0,5GW.cm<sup>-2</sup>. En effet, plus de 50% des particules ont décollé malgré cette faible intensité de chargement. Par conséquent, l'augmentation de la vitesse d'impact favorise l'adhérence, même si l'évolution de cette dernière n'est pas linéaire. L'effet de l'élévation de la température du gaz propulseur sur l'adhérence ne se révèle pas prépondérant par rapport à celui de l'élévation de la pression. Par conséquent, la thermique des matériaux, favorisant considérablement l'adhérence (cf. Chapitre 3, § 3.2.5), ne semble pas avoir été modifiée. Cela renforce l'hypothèse posée lors de l'établissement des conditions d'impact d'ordre thermique (cf. Chapitre 3, § 3.2.4).



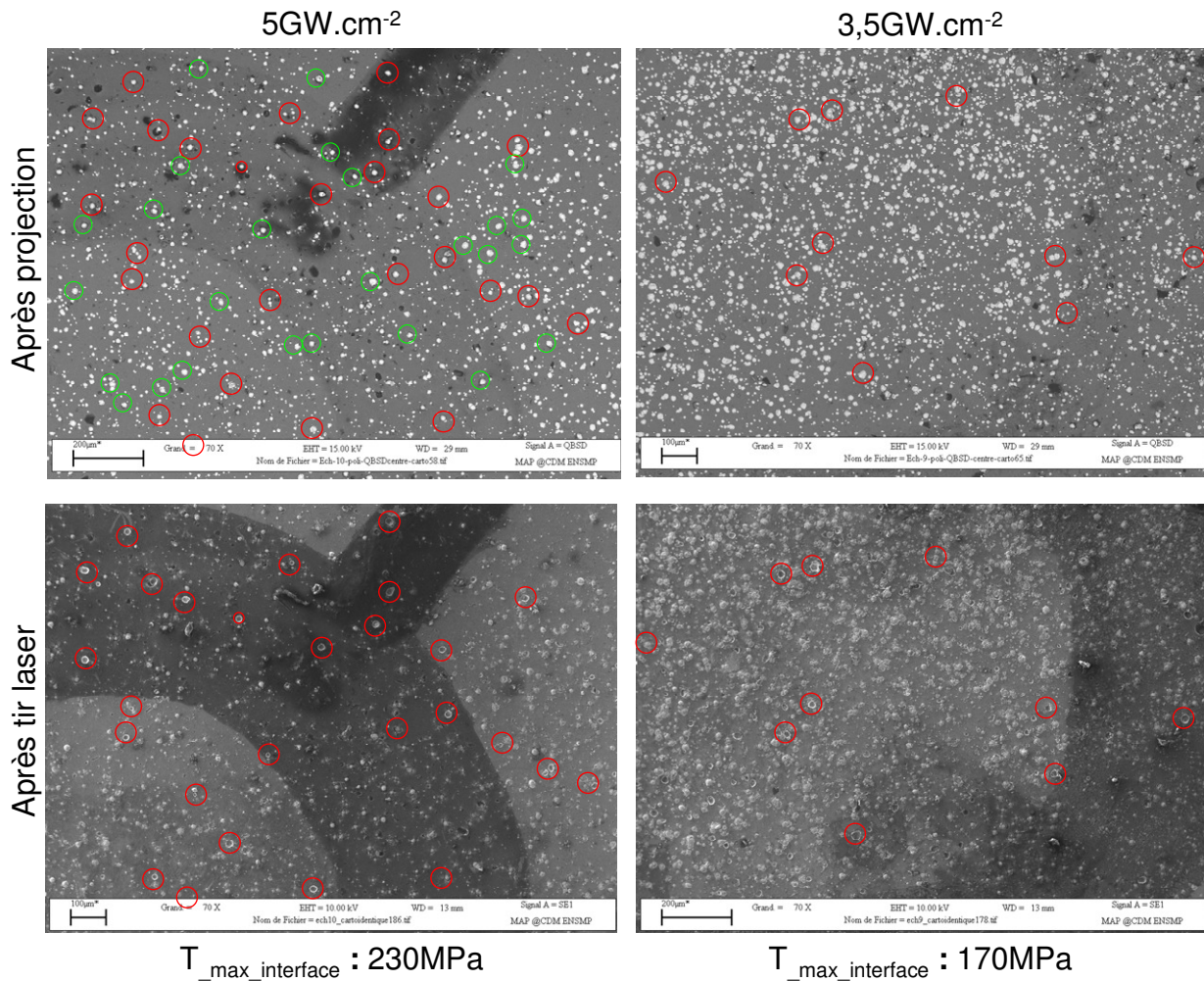


Figure VI-32 : Cartographies MEB\* avant et après choc laser pour différentes intensités de tir pour les particules fines

Une analyse similaire a été menée pour les particules d'environ 20 $\mu$ m de diamètre qui ont été projetées sur le substrat à des vitesses plus élevées et ont présenté une couche d'oxyde plus fine. Le niveau d'adhérence de ces particules, obtenues avec les conditions de projection les moins intenses, a été estimé proche de 230MPa. En effet, environ 50%, respectivement moins de 50%, des particules de 20 $\mu$ m de diamètre ont été décollées avec une sollicitation à l'interface de 230MPa et 175MPa (Figure VI-32).

Le seuil d'adhérence des fines particules projetées avec des conditions plus sévères s'est révélé être bien supérieur à 270MPa mais n'a pas pu être déterminé précisément. En effet, cette sollicitation maximale de l'interface n'a pu décoller qu'une infime quantité de particules. Des tirs réalisés sous vide avec une source laser plus puissante permettraient d'accroître le niveau de traction généré à l'interface et ainsi d'estimer le niveau de d'adhérence de ces particules.

L'élévation de la vitesse d'impact, qui influe sur la profondeur de pénétration des particules et sur l'évolution des grandeurs locales proches de l'interface (cf. Chapitre 4), favorise visiblement l'adhérence des particules au substrat. Le recouvrement de ces dernières par le substrat et les interactions mécaniques et métallurgiques locales doivent par conséquent jouer des rôles complémentaires.

### 3.3. Influence du recouvrement des particules

La périphérie des cratères laissés par les particules arrachées a présenté les stigmates du frottement entre la particule et le substrat au moment du décollement (Figure VI-33).

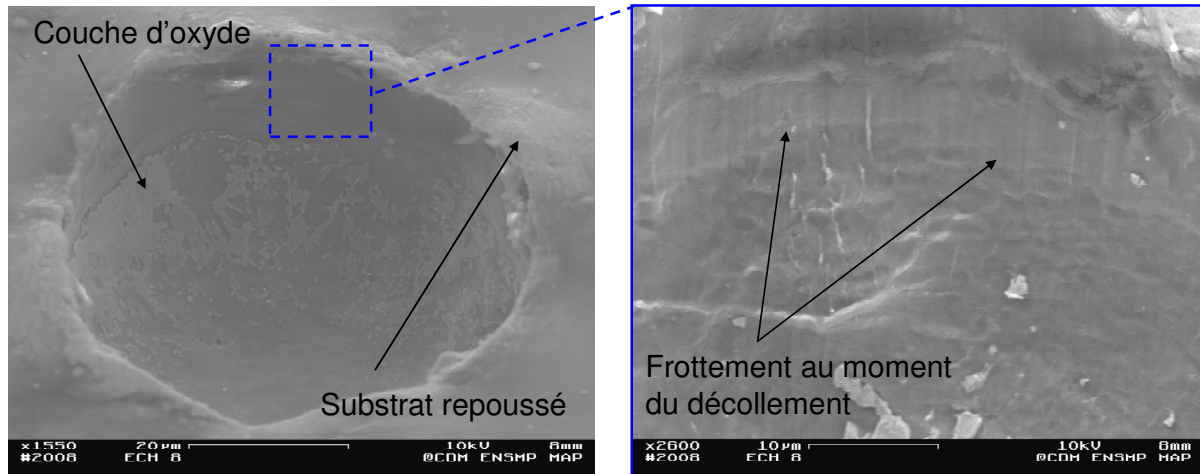


Figure VI-33 : Images MEB\* d'un cratère laissé par une particule après décollement lors de l'essai LASAT\*

Le recouvrement des bords par le substrat doit donc retenir la particule, améliorant ainsi son niveau d'adhérence par ancrage mécanique. Pour étudier l'influence sur l'adhérence de ce recouvrement, des particules de large diamètre obtenues avec des conditions de protection de 3MPa et 600°C ont été considérées. Leur niveau d'adhérence moyen a précédemment été estimé entre 530 et 680MPa. La face arrière de l'un des spécimens a été polie mécaniquement de manière à réduire le recouvrement des particules par le substrat. Les particules adhérentes ont donc elles aussi été tronquées sur environ un quart de leur hauteur et ont ainsi présenté une surface libre plane (Figure VI-34).

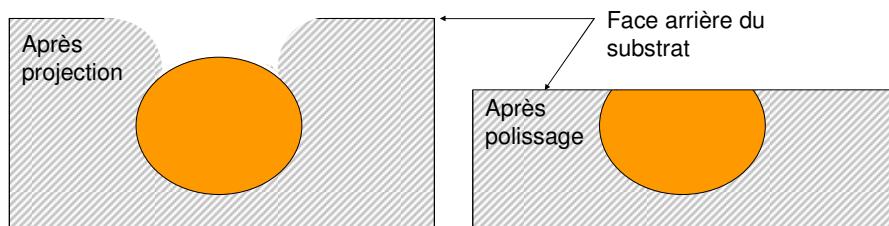


Figure VI-34 : Schéma des échantillons tronqués obtenus après polissage mécanique de la face arrière

La face avant du substrat a été soumise à un flux de  $3,5\text{GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Les cartographies sur des zones de dimension comparable avant et après tir laser ont été réalisées et comparées (Figure VI-35). La traction maximale générée à l'interface correspondante a été calculée. A flux identique, celle atteinte à l'interface des particules non polies est supérieure à celle générée à l'interface des particules tronquées. En effet, ces dernières présentent une épaisseur plus faible, défavorisant ainsi la proximité de l'interaction des ondes de détentes par rapport à l'interface (cf. § 2.2.1).

Sollicitées à 450MPa, près de 50% des particules tronquées de la zone encadrée ont été décollées. Le niveau d'adhérence correspondant est donc estimé proche de cette valeur. Pour une sollicitation plus intense, de 530MPa, seulement 25% des particules non polies ont été arrachées. Leur niveau d'adhérence, estimé entre 530 et 680MPa (cf. § 3.2), a, par conséquent,



été amélioré. Améliorant l'adhérence globale d'environ 160MPa, les effets du recouvrement par le substrat ont ainsi pu être découplés et quantifiés.

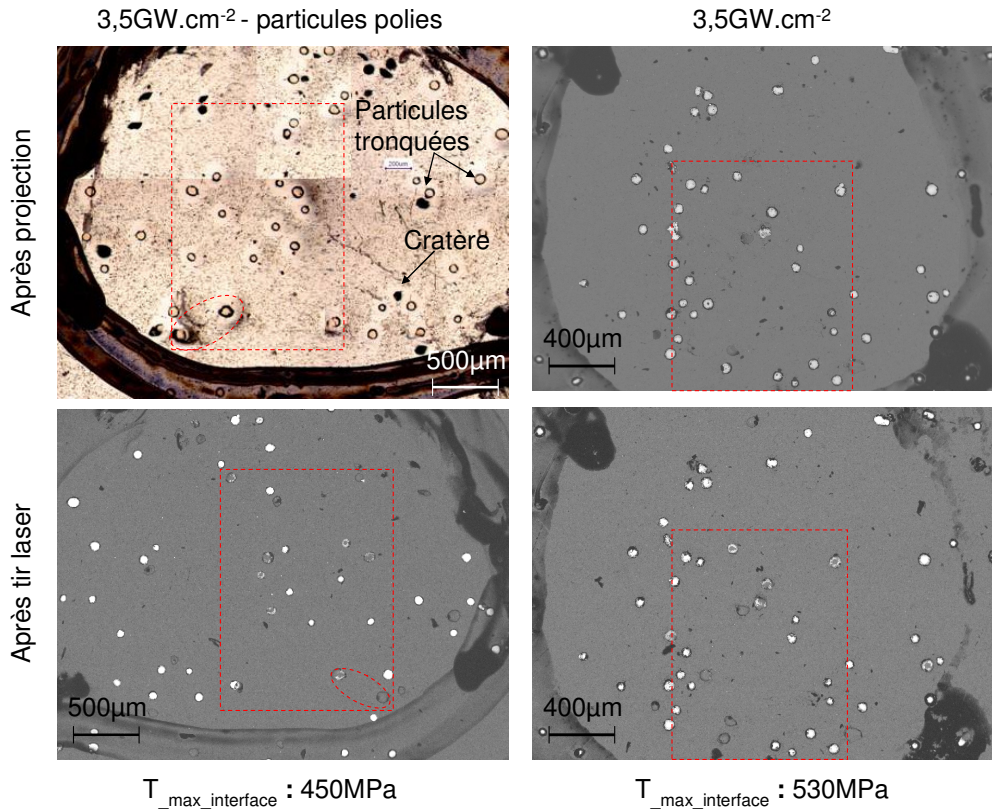


Figure VI-35 : Cartographies MEB\* avant et après choc laser pour différentes intensités de tir pour des particules tronquées de 60µm de diamètre

Malgré son rôle important, l'ancrage mécanique par recouvrement des particules ne peut pas être considéré comme le seul phénomène à augmenter l'adhérence. En effet, 50% des particules tronquées n'ont pas été décollées malgré une sollicitation de 450MPa. Ainsi, même pour les particules enrobées d'une couche d'oxyde, cela indique qu'il existe une adhérence mécanique et métallurgique locale entre la particule et le substrat. Ce lien se formerait à travers la couche d'oxyde ou dans les zones de rupture de la couche, zone de contact possible entre les matériaux « propres », qui apparaissent sous l'effet de l'importante déformation provoquée par l'impact (cf. Chapitre 5 et 7).

### 3.4. Influence de la couche d'oxyde

#### 3.4.1. Influence de la couche d'oxyde sur le niveau d'adhérence

Les particules enrobées d'une épaisse couche d'oxyde (cf. Chapitre 3, § 1.1), doivent présenter une adhérence inférieure à celles pour lesquelles les interactions métallurgiques sont favorisées. Afin de déterminer l'influence de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur l'adhérence, deux tailles de particules ont été étudiées : 20µm et 60µm de diamètre moyen. Les épaisseurs de leur couche d'oxyde étaient respectivement de 20 et 110nm. De plus, elles ont été obtenues respectivement avec des conditions de projection de 2MPa et 3MPa pour 400°C, de manière à comparer des vitesses d'impact similaires, de l'ordre de 320m.s<sup>-1</sup> (cf. Chapitre 3). Le niveau

d'adhérence des particules les plus larges a précédemment été estimé entre 370 et 460MPa et celui des plus fines autour de 230MPa (cf. § 3.2).

Par conséquent, le niveau d'adhérence moyen de ces dernières s'est révélé bien inférieur, en intensité, à celui des particules plus oxydées. D'autre part, à vitesse d'impact comparable, le niveau d'adhérence a augmenté avec le diamètre des particules. L'adhérence purement mécanique des plus larges donc des plus oxydées, aurait du être inférieure à celle des plus fines. Cependant, à vitesse d'impact donnée, la température maximale du substrat atteinte localement à l'interface croît avec le rayon de la particule (cf. Chapitre 4), favorisant ainsi la déformation locale du substrat et l'ancrage mécanique de la couche d'oxyde. De plus, ce phénomène améliore les interactions métallurgiques entre la particule et le substrat, même en présence d'une couche d'oxyde. Soit des surfaces dites fraîches entrent en contact et interagissent, soit les interactions surviennent à travers la couche d'oxyde. L'adhérence des particules présentant une épaisse couche d'oxyde peut ainsi être améliorée.

Ce résultat doit être pondéré par le fait que, respectivement simple et longue pour les unes et double et courte pour les autres, la sollicitation appliquée aux particules larges et fines a été différente (cf. § 2.2.4). Toutefois, l'hypothèse selon laquelle les particules les plus larges soumises à une double sollicitation en traction décolleraient avec une amplitude moins élevée, n'est pas à exclure. Les particules les plus fines pourraient alors présenter un niveau d'adhérence supérieur aux plus larges. Un moyen plus précis de comparer l'adhérence des interfaces avec et sans oxyde serait de projeter par cold spray des particules de 60µm de diamètre préalablement chauffées sous atmosphère hydrogénée. L'épaisseur de la couche d'oxyde serait alors réduite à celle d'une fine couche de passivation.

### 3.4.2. Influence de la couche d'oxyde sur la morphologie des cratères

Les cratères de particules de 60µm de diamètre, décollées par l'essai d'adhérence, ont été observés (Figure VI-36). Fortement oxydées et obtenues avec des conditions de projection de 3MPa et 400°C, i.e. avec des vitesses d'impact de l'ordre de 330m.s<sup>-1</sup>, ces particules ont été sollicitées lors d'un tir laser de 2GW.cm<sup>-2</sup>. Les cratères de particules de 10µm de diamètre faiblement oxydées, impactées à forte et moyenne vitesses et également sollicitées par un tir laser de 2GW.cm<sup>-2</sup>, ont été comparés aux précédents (Figure VI-37).

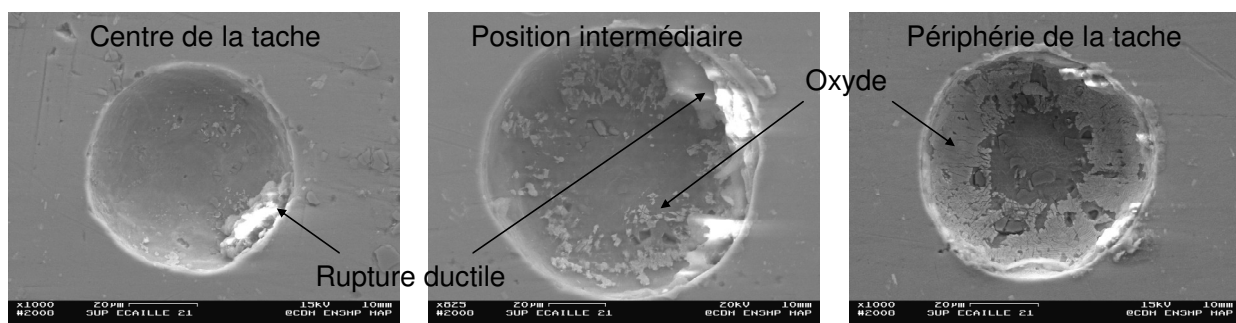


Figure VI-36 : Observation de cratères laissés par des particules de large diamètre après décollement par l'essai LASAT\* en fonction de la position par rapport au centre de la tache focale

Les cratères des particules initialement enrobées d'une épaisse couche d'oxyde présentent des faciès de rupture homogènes, soit entre la particule et la couche d'oxyde soit entre cette dernière et le substrat. En fonction de la sollicitation appliquée, la couche d'oxyde est décollée dans des proportions différentes. Son adhérence sur le substrat se révèle plus élevée que l'adhérence de la particule sur cette couche. Le seuil estimé par observation du décollement des particules est, par conséquent, celui de la particule sur la couche. Il serait

toutefois possible d'accéder au niveau d'adhérence de la couche d'oxyde sur le substrat en comparant les différents cratères obtenus avec une intensité de chargement identique. En fonction de la position de la particule par rapport au centre de la tache laser, la traction est diminuée. De plus, à position fixée, le niveau de traction diminue le long de l'interface. Pour les cratères présentant une couche d'oxyde encore adhérente sur les bords, comme ceux présents en périphérie de tache, le calcul du niveau de contrainte au niveau de la zone charnière permettrait de déterminer le seuil d'adhérence de cette couche d'oxyde.

Malgré les nombreuses expériences réalisées sur une large gamme d'intensité de sollicitation, aucun cratère n'a présenté de couche d'oxyde encore adhérente en son fond. Cela indique que le niveau d'adhérence de cette couche n'est pas constant tout le long de l'interface. Il doit en effet évoluer en fonction de zones où la température locale pendant l'impact est la plus élevée et où la déformation de la particule est la plus intense.

Les cratères des particules enveloppées d'une fine couche d'oxyde présentent des différences plus marquées avec des ruptures peu homogènes pour les vitesses d'impact les plus élevées, et relativement homogènes pour les plus faibles (Figure VI-37). Ces différents faciès semblent être la conséquence d'une rupture le long d'une interface bien délimitée, d'une part, et dans une zone interfaciale avec des intermétalliques en présence, d'autre part.

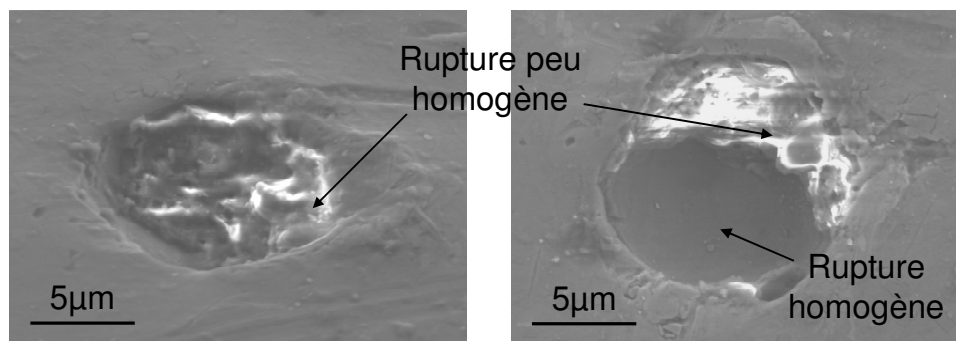


Figure VI-37 : Observation de cratères laissés par de fines particules après décollement par l'essai LASAT\*

A conditions de projection identiques, les particules de 20µm de diamètre présentaient un niveau d'adhérence largement supérieur à celles de 60µm dont le seuil d'adhérence a été estimé bien inférieur à 140MPa. Pour l'obtention d'un meilleur rendement, l'utilisation de poudre fine pour élaborer des dépôts par cold spray doit alors être préférée. Ce résultat doit néanmoins être pondéré par le fait que la manière de solliciter l'interface des fines et des grossières particules n'a pas été identique.

### 3.5. Conclusion

Conjointement aux expériences, la simulation numérique de l'essai d'adhérence par choc laser a abouti à l'élaboration d'une méthode permettant d'estimer par simulation numérique le niveau d'adhérence des particules élémentaires. Le décollement des particules a été détecté par observation jusqu'à ce que la traction générée à l'interface, diminuée progressivement, n'ait plus décollé les particules. Le niveau d'adhérence des particules a alors été atteint. La sollicitation de l'interface a été calculée numériquement et les simulations ont été recalibrées via des mesures expérimentales réalisées à l'aide du système VISAR\*.

L'adhérence a été définie dans cette étude comme la sollicitation pour laquelle environ 50% des particules présentes dans la zone considérée avaient été décollées. Cette mesure

pourrait être affinée en ne sélectionnant, avant projection, que des particules de même diamètre. Sur une zone de faible dimension, l'adhérence serait alors homogène.

L'influence sur l'adhérence de la vitesse d'impact, de l'épaisseur de la couche d'oxyde des particules et de leur recouvrement par le substrat a été analysée.

A paramètres identiques, l'augmentation de la vitesse d'impact a favorisé l'adhérence. Cela pourrait être expliqué par un ancrage mécanique plus profond et une élévation de la température locale associée plus importante (cf. Chapitre 4). L'augmentation de l'énergie cinétique a en effet permis une déformation locale plus importante des matériaux, engendrant ainsi une évolution de la température locale. Les effets des phénomènes de recouvrement et d'adhérence locale ont donc été estimés.

Un effet notable du recouvrement de la particule par le substrat a été mis en évidence. Toutefois, représentant moins de 30% de l'adhérence totale, ce phénomène s'est révélé ne pas être le seul à favoriser l'adhérence des particules. Malgré la présence de la couche d'oxyde enrobant la particule, des liaisons métallurgiques ainsi que de l'adhérence mécanique locale ont pu se créer (cf. Chapitre 7).

Présentant des faciès de rupture plus ductiles, les particules les moins oxydées se sont révélées moins adhérentes en intensité que les autres, à vitesse d'impact identique. Toutefois, l'influence de la durée et de la répétition des sollicitations devrait être étudiée car ces phénomènes pourraient inverser ces résultats. Pour les particules les plus oxydées, l'adhérence entre le substrat et la couche a été supérieure à celle entre cette dernière et la particule. Le niveau d'adhérence mesuré dans ce chapitre a donc bien été celui de la particule. Toutefois, l'adhérence de la couche d'oxyde sur le substrat pourrait être estimée.

## 4. CONCLUSION

L'enjeu de ce chapitre a été de définir une méthode permettant la mesure du niveau d'adhérence des particules élémentaires accrochées à la surface du substrat, puis de quantifier l'influence des conditions d'impact sur cette adhérence. La difficulté d'appliquer un essai d'adhérence à des objets de quelques dizaines de microns a été levée en développant une variante originale de l'essai d'adhérence par choc laser (LASAT\*, « LAser Shock Adhesion Test »). L'utilisation des effets bidimensionnels de la propagation des ondes de choc dans le substrat a en effet permis une sollicitation suffisante de l'interface. En associant expériences et simulations numériques, le niveau d'adhérence des particules a pu être déterminé.

La calibration du laser, i.e. la détermination des paramètres de tir donc du chargement en fonction des données du laser, a été réalisée en couplant simulations numériques et expériences de choc laser sur des substrats fins. Ainsi, le profil temporel de chargement avec un confinement eau, son amplitude en fonction du flux sélectionné et sa répartition spatiale ont été estimés.

L'influence, sur le niveau de traction généré à l'interface, de différents paramètres tels que le diamètre de tache focale, l'intensité du flux laser, la géométrie des particules ou encore la position de particule par rapport au centre de la tache, a été étudiée. Les dimensions de la zone d'analyse du décollement des particules éprouvées ont été définies à 700µm de rayon, de manière à solliciter de façon similaire les particules. Double pour les petites et simple pour les larges, la sollicitation des particules s'est ainsi révélée être différente en amplitude et en durée, à tirs isoparamétriques.

Fort de ces résultats, des paramètres de tir ont été sélectionnés afin d'appliquer les niveaux de traction les plus élevés et de déterminer le niveau d'adhérence des particules. Pour chaque tir laser, le décollement des particules a été détecté par observation, par comparaison de cartographies réalisées avant et après essai d'adhérence.

Le niveau de traction généré à l'interface étant sensible au flux laser utilisé, ce dernier a été réduit progressivement jusqu'à ce que 50% des particules de la zone analysée n'aient plus décollé. Le seuil d'adhérence a alors été atteint. Pour chaque tir, le calcul par simulation numérique de ce niveau de traction a été calibré par des mesures expérimentales de vitesse de face arrière réalisées à l'aide du système VISAR\*.

L'influence sur l'adhérence des particules de la vitesse d'impact, du diamètre et du recouvrement des bords par le substrat a été analysée. L'augmentation des deux premiers paramètres a favorisé de manière non linéaire l'adhérence des particules. Celles de 60µm de diamètre en moyenne ont présenté des seuils inférieurs à 680MPa pour les plus adhérentes et bien inférieurs à 140MPa pour les moins adhérentes. Celles de 20µm ont montré des niveaux d'adhérence supérieurs à 170MPa pour les moins adhérentes. Des tirs sous vide avec une source laser plus puissante permettraient de mesurer le seuil des particules les plus adhérentes. Le recouvrement de la particule par le substrat, représentant environ 20% du seuil d'adhérence, n'a pas été l'unique phénomène favorisant l'adhérence. Malgré l'épaisse couche d'oxyde enrobant la particule, une adhérence d'origine métallurgique peut survenir (cf. Chapitres 5 et 7).

---

*Chapitre 7 :  
Discussion et retombées industrielles*

---



# Chapitre 7 :

## Discussion et retombées industrielles

### Sommaire

<b>1. DISCUSSION.....</b>	<b>214</b>
1.1. Synthèse des principaux résultats.....	214
1.2. Influence de la vitesse d'impact sur l'adhérence .....	215
1.3. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur l'adhérence .....	215
1.4. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur les interactions métallurgiques.....	216
1.5. Corrélation entre phénomènes métallurgiques à l'interface et adhérence.....	216
<b>2. RETOMBEES INDUSTRIELLES.....</b>	<b>217</b>
2.1. Amélioration de l'adhérence des revêtements .....	217
2.1.1. Projection à l'azote.....	218
2.1.2. Projection à l'air .....	219
2.2. Réduction des coûts de développement et de production .....	219
2.2.1. Phase de développement .....	220
2.2.2. Phase de production.....	220
2.3. Etude de la cohésion du revêtement.....	221
2.4. Contrôle des propriétés lors de la phase de production.....	222





Dans cette étude, les conditions d'impact des projectiles telles que la vitesse, la température, l'épaisseur de la couche d'oxyde et la morphologie ont été déterminées et corrélées aux conditions de projection des différents procédés (cf. Chapitre 3). La simulation numérique de l'impact d'écaillés et de particules a ensuite été développée afin d'établir, en fonction des conditions d'impact, l'évolution des paramètres de pression et de température locale proche de l'interface (cf. Chapitre 4). Des zones à analyser expérimentalement et à comparer ont ainsi été définies. Puis, à travers des observations jusqu'à l'échelle atomique, l'évolution des phénomènes physico-chimiques qui se produisent le long de l'interface a été élucidée en fonction des conditions d'impact (cf. Chapitre 5). Enfin, des particules fines et grossières projetées à différentes vitesses ont été éprouvées par choc laser. Ainsi, pour plusieurs conditions de projection, leur niveau d'adhérence moyen a été estimé (cf. Chapitre 6).

Les moyens expérimentaux et numériques mis en œuvre dans cette étude ainsi que les résultats et les interprétations correspondantes ont été discutés tout au long de ce mémoire. L'objectif de ce chapitre n'est donc pas de récapituler les différents éléments précédemment abordés mais de synthétiser les principaux résultats obtenus dans les différentes parties de cette étude afin de les confronter. Ainsi, de nouvelles interprétations pourront être dégagées et des corrélations entre conditions de projection, conditions d'impact, évolution des grandeurs locales, phénomènes à l'interface et niveau d'adhérence pourront être établies. L'extension de ces analyses ouvrira des perspectives, appliquées au secteur industriel, relatives au développement et au contrôle du procédé cold spray ainsi qu'au contrôle et à l'amélioration des propriétés revêtements élaborés par cold spray.

## 1. DISCUSSION

### 1.1. Synthèse des principaux résultats

Le niveau d'adhérence de particules fines et larges, faiblement et fortement oxydées, a été déterminé en fonction des conditions de projection, par essai d'adhérence par choc laser (« LASAT<sup>\*</sup> »). Ce seuil a ensuite été relié à la vitesse d'impact des particules estimée expérimentalement et numériquement puis corrélé à la température locale atteinte proche de l'interface durant l'impact (Tableau VII-1). Outre l'étude de l'adhérence d'objets de petites dimensions, l'extension de l'essai d'adhérence par choc laser développée dans cette étude propose des perspectives industrielles attendues en vue de la réduction des coûts de production et du contrôle qualité (cf. § 2.2 et 2.3).

$\varnothing_{\text{particule}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$E_{\text{oxyde}}$ (nm)	Conditions de projection (MPa / °C)	$V_{\text{impact}}$ ( $\text{m.s}^{-1}$ )	$T_{\text{locale}}$ (°C)	Niveau d'adhérence (MPa)
60	110	3 / 600	390	400	600
		3 / 400	300	350	410
		2 / 400	190	290	< 140
20	20	3 / 400	> 380	> 250	> 270
		2 / 400	300	215	230

Tableau VII-1 : Récapitulatif des principaux résultats déterminés au cours de cette étude sur le niveau d'adhérence de fines et larges particules en fonction des conditions d'impact

Les mécanismes d'interaction métallurgique qui se produisent à l'interface lors de l'impact ont, d'autre part, été élucidés en fonction de la vitesse d'impact (Tableau VII-2). Les phénomènes ont ensuite pu être corrélés à la température maximale atteinte localement le long de l'interface. De plus, l'analyse d'une particule plus large a permis d'établir des hypothèses quant au développement des phénomènes physico-chimiques à l'interface de l'ensemble des particules grossières. Industriellement, des résultats similaires obtenus pour tout couple de matériaux peuvent être exploités sous forme d'abaques afin de retenir des conditions de projection fiables pour une application donnée (cf. § 2.2).

$\varnothing_{\text{particule}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$T_{\text{locale}}$ (°C)	$V_{\text{impact}}$ ( $\text{m.s}^{-1}$ )	Phénomènes physico-chimiques
20	280	415	Diffusion avec cristallisation à l'état liquide développée (avec homogénéisation le long de l'interface)
10	240	480	Diffusion avec cristallisation à l'état liquide développée ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ , $\text{AlCu}$ , $\text{AlCu}_4$ )
	210	430	Diffusion avec cristallisation à l'état liquide ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ , $\text{Al}_2\text{Cu}+\text{AlCu}$ , $\text{AlCu}$ )
	170	380	Diffusion avec cristallisation à l'état solide ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ , $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ )

Tableau VII-2 : Récapitulatif des principaux résultats déterminés au cours de cette étude sur les phénomènes survenant à l'interface de particules faiblement oxydées en fonction des conditions d'impact

## 1.2. Influence de la vitesse d'impact sur l'adhérence

Le niveau d'adhérence moyen de particules de  $20\mu\text{m}$  de diamètre projetées à  $300\text{m.s}^{-1}$  est estimé à  $230\text{MPa}$  (Tableau VII-1). De plus, ce seuil augmente avec la vitesse d'impact et, par conséquent, la température locale proche de l'interface.

Comme explicité dans la conclusion du Chapitre 5, chaque stade de l'évolution de la zone interfaciale est lié au dépassement d'une vitesse critique d'impact. L'augmentation du diamètre de la particule abaisse toutefois ces seuils, entre  $50$  et  $100\text{m.s}^{-1}$  pour un passage de  $10$  à  $20\mu\text{m}$  de diamètre par exemple, puisque la température locale augmente. Ainsi, une vitesse d'impact de  $300\text{m.s}^{-1}$  pour une particule de  $20\mu\text{m}$  engendre une évolution interfaciale similaire à celle d'une particule de  $10\mu\text{m}$  projetée à  $380\text{m.s}^{-1}$ . La température de  $215^\circ\text{C}$  engendrée par l'impact à  $300\text{m.s}^{-1}$  (Tableau VII-1) doit donc suffire à la formation, à l'état solide, de composés d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et d' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  (Tableau VII-2). L'impact à plus de  $380\text{m.s}^{-1}$  d'une particule de  $20\mu\text{m}$  provoque alors la formation des intermétalliques à l'état liquide (Tableau VII-2). De plus, le niveau d'adhérence correspondant se révèle supérieur à  $270\text{MPa}$ . Le développement des interactions métallurgiques favorise donc l'adhérence des particules et les intermétalliques ne fragilisent pas l'interface.

Lorsque la vitesse d'impact augmente, les interactions physico-chimiques tendent à se développer et à s'homogénéiser le long de l'interface. Ainsi, pour un diamètre donné de particule, il doit exister une vitesse critique pour laquelle l'adhérence métallurgique devient constante. Par exemple, au-delà de  $415\text{m.s}^{-1}$ , les particules de  $20\mu\text{m}$  de diamètre projetées sur un substrat d'aluminium doivent présenter des niveaux d'adhérence comparables.

Ainsi, la qualité de l'adhérence des revêtements dépend en partie de l'affinité des matériaux employés donc de la capacité à générer les interactions physico-chimiques voire des composés intermétalliques. Pour favoriser leur formation, outre l'augmentation de la vitesse d'impact par l'intensification des paramètres de projection, différentes méthodes sont envisageables (cf. § 2.1.1).

## 1.3. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur l'adhérence

Malgré la présence d'une couche d'oxyde le long de l'interface, il a été mis en évidence au Chapitre 5 que des interactions métallurgiques se produisaient et que des composés intermétalliques pouvaient être formés durant l'impact. La couche d'oxyde ne joue, en effet, le rôle de barrière physique infranchissable que si la température locale dépasse une valeur seuil.

Une particule dont l'épaisseur de couche d'oxyde était initialement de  $20\text{nm}$  et dont la température locale avait atteint  $215^\circ\text{C}$  a montré une adhérence supérieure à celle d'une particule dont la couche d'oxyde mesurait  $110\text{nm}$  et dont la température locale avait atteint  $280^\circ\text{C}$  (Tableau VII-1). En revanche, elle était moins adhérente qu'une particule dont la couche d'oxyde mesurait  $110\text{nm}$  et dont la température locale avait atteint  $350^\circ\text{C}$  (Tableau VII-1). Ainsi, quelle que soit l'épaisseur de couche d'oxyde initialement présente à l'interface, il doit exister une température au-delà de laquelle les mécanismes de diffusion à l'état solide ou en présence de phase liquide ou amorphe sont favorisés. Cette température augmente donc avec l'épaisseur de l'oxyde et doit certainement évoluer avec sa nature et sa composition. Dans le cas de l'impact du cuivre sur l'aluminium, pour une différence d'épaisseur de  $\text{CuO}$  de  $100\text{nm}$  environ, la variation de température nécessaire à l'activation des interactions donc à l'élévation du niveau d'adhérence est comprise entre  $75$  et  $135^\circ\text{C}$  (Tableau VII-1).

Par conséquent, l'adhérence de matériaux oxydés en cold spray ne dépend pas exclusivement de la grande déformation qui aboutit à la cassure de la couche donc à la mise en contact de surfaces fraîches (cf. Chapitre 5, § 3.4.1), mais également de la température locale.

Cette analyse ouvre ainsi des perspectives quant aux applications industrielles du cold spray utilisé avec une propulsion à l'air comprimé. Une poudre judicieusement sélectionnée et des techniques expérimentales adaptées peuvent être appliquées afin de contrer l'effet néfaste de l'oxydation des matériaux lors d'une telle projection (cf. § 2.1.2).

#### 1.4. Influence de l'épaisseur de couche d'oxyde sur les interactions métallurgiques

Une particule de 20 $\mu\text{m}$  de diamètre, peu oxydée, dont l'impact engendre une température locale proche de 215°C présente, le long de l'interface, des intermétalliques  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  formés à l'état solide (cf. § 1.2). L'adhérence associée a été estimée à environ 230MPa (cf. Tableau VII-1). Une particule dont le niveau d'adhérence est bien inférieur à ce seuil doit, par conséquent, présenter des interactions métallurgiques moins développées, telle qu'une diffusion à l'état solide sans recristallisation.

Une particule de 60 $\mu\text{m}$  de diamètre fortement oxydée et projetée à 190 $\text{m.s}^{-1}$  présente un niveau d'adhérence inférieur à 140MPa (Tableau VII-1). Les interactions physico-chimiques survenus lors de l'impact doivent donc correspondre à de la diffusion sans recristallisation.

Le seuil d'adhérence d'une particule identique projetée à 300 $\text{m.s}^{-1}$  est estimé autour de 410MPa. L'interface correspondante a donc dû évoluer jusqu'à la formation d'intermétalliques, à l'état solide ou en présence de phase liquide ou amorphe. L'augmentation d'environ 200MPa par rapport à une particule fine faiblement oxydée, projetée à la même vitesse (Tableau VII-1), indique que ces phénomènes ont dû survenir en présence d'un état liquide ou amorphe de l'aluminium.

Une particule grossière projetée à 390 $\text{m.s}^{-1}$  provoque une élévation de la température jusqu'à 400°C et possède un niveau d'adhérence supérieur à 600MPa. Les phénomènes interfaciaux induits lors de l'impact doivent donc engendrer une interface plus homogène ayant évolué en présence de phases liquides ou amorphes de l'aluminium et du cuivre.

Une vérification de ces hypothèses doit être réalisée par analyse d'une lame mince découpée sur une large particule fortement oxydée. Ainsi, le stade de développement de son interface pourra être déterminé et constituera alors une référence à partir de laquelle la phénoménologie pour des particules projetées à différentes vitesses pourra être estimée.

#### 1.5. Corrélation entre phénomènes métallurgiques à l'interface et adhérence

Les interprétations sur le niveau d'adhérence et la formation des phénomènes physico-chimiques le long de l'interface de fines et larges particules faiblement et fortement oxydées permettent d'estimer le seuil d'adhérence correspondant à une interface donnée, i.e. à chaque étape du développement des interactions (Tableau VII-2).

Le niveau d'adhérence dépend essentiellement de la température maximale atteinte localement le long de l'interface. Son augmentation favorise l'adhérence en facilitant les interactions physico-chimiques. En effet, le passage d'une étape à l'autre du développement des interactions métallurgiques engendre une élévation de l'adhérence d'environ 200MPa

(Tableau VII-3). La formation d'intermétalliques, moins ductiles que les matériaux initiaux, ne fragilise donc pas l'interface.

Pour chaque diamètre de particule, il doit exister une vitesse critique au-delà de laquelle le développement et l'homogénéisation des interactions métallurgiques atteignent un palier. L'adhérence des particules projetées à des vitesses supérieures ne doit donc plus évoluer. Néanmoins, si la dimension des intermétalliques formés devenait trop grande, peut-être ces derniers fragiliseraient-ils la zone interfaciale.

Phénomènes physico-chimiques (cf. Tableau VII-2)	Niveau d'adhérence (MPa)
Diffusion avec cristallisation à l'état liquide développée	600
Diffusion avec cristallisation à l'état liquide	410
Diffusion avec cristallisation à l'état solide	230
Diffusion sans cristallisation	< 140

Tableau VII-3 : Niveau d'adhérence correspondant à des phénomènes interfaciaux donnés

Pour tout couple de matériaux, des abaques similaires corrélant conditions d'impact, phénomènes métallurgiques et adhérence peuvent être établis. En fonction de l'application retenue, la vitesse d'impact nécessaire au niveau d'adhérence souhaité est alors directement accessible. Ainsi, les conditions de projection optimales peuvent être déterminées, sans étude préalable. Ces abaques pourraient donc être utilisés industriellement et permettre une réduction des coûts et une optimisation du procédé (cf. § 2.2).

## 2. RETOMBÉES INDUSTRIELLES

Dans cette partie, les résultats mis en évidence précédemment sont appliqués au contexte industriel. Ainsi, sont indiqués les moyens pratiques qui peuvent être mis en œuvre afin d'améliorer l'adhérence des revêtements, de contrôler la qualité du revêtement à partir de mesures in situ, de diminuer le coût des phases de développement et de production de pièces industrielles ou encore de contribuer au développement du procédé cold spray avec une propulsion à l'air.

### 2.1. Amélioration de l'adhérence des revêtements

Lors de la projection cold spray, trois gaz propulseurs peuvent être utilisés : l'air, l'azote ou l'hélium. Plus le gaz accélérateur est léger, plus la vitesse d'impact des particules est grande. Pour des raisons évidentes de coût, l'hélium n'est utilisé que singulièrement, bien qu'il permette d'atteindre les vitesses de projection les plus élevées donc qu'il favorise l'adhérence des particules. Neutre vis-à-vis de l'oxydation, l'azote reste le plus couramment employé mais les industriels ont pour objectif le développement de la projection à l'air, moins onéreuse. Afin de pallier l'oxydation et le différentiel de vitesse induits par le choix du gaz, les interactions métallurgiques qui se produisent aux interfaces durant l'impact doivent être favorisées. Pour cela, outre l'intensification des paramètres de projection provoque le développement plus avancé des interactions physico-chimiques le long de l'interface par élévation de la vitesse d'impact des particules, certains matériaux peuvent être préférés et des pré- et post-traitements appliqués.

### 2.1.1. Projection à l'azote

Lorsque l'application industrielle le permet, l'utilisation d'alliages, qui favorisent la formation et le développement d'intermétalliques, plutôt que des matériaux purs doit être privilégiée. Ainsi, l'adhérence du revêtement pourra être augmentée (cf. § 1.5).

La présence d'une couche d'oxyde en surface des matériaux mis en contact constitue un frein au développement des interactions métallurgiques (cf. § 1.3). Pour supprimer ou diminuer cet effet, un décapage par laser peut être envisagé. L'intense énergie apportée sur quelques centaines de nanomètres d'épaisseur provoque, en effet, la fusion ou la sublimation de la matière en surface. L'évacuation de cette matière avant l'impact des particules laisse alors une surface réactive. Ainsi, avec une vitesse d'impact moindre, les interactions physico-chimiques engendrées par la collision des particules sur un substrat plus propre peuvent être développées.

Plutôt que de supprimer cette couche d'oxyde par une technique qui peut s'avérer onéreuse et difficile à mettre en œuvre, ses effets peuvent simplement être contrés. Malgré la présence d'une couche d'oxyde sur les surfaces de contact, la température locale donc de préchauffage influence le développement des interactions métallurgiques (cf. § 1.4). Des prétraitements thermiques peuvent donc être appliqués aux matériaux via différents modes : l'irradiation, la convection ou la conduction.

Un laser peut être utilisé lors de la projection pour préchauffer localement les matériaux, avant l'impact des particules.

Les passages successifs du pistolet au dessus du substrat, avant projection de la poudre, élèvent rapidement sa température par convection forcée (cf. Chapitre 3, § 3.2.3.1, Figure III-39). Le préchauffage du substrat par l'interaction fluide – matière évite l'épaississement de la couche d'oxyde puisque le flux continu d'azote, inerte vis-à-vis de l'oxydation, recouvre l'intégralité de la surface du revêtement. Cette méthode est toutefois limitée lorsque la surface à revêtir est de grande dimension.

Le préchauffage peut également être envisagé par conduction, à l'aide d'un collier chauffant en contact avec le substrat. Un thermocouple positionné en surface du substrat permet alors la régulation de la température souhaitée. Toutefois, ce chauffage s'avère lent et l'impose bien avant celui de la projection. L'oxydation de surface des matériaux au contact de l'air est alors favorisée par l'élévation de température. Ainsi, ce mode de préchauffage peut nécessiter de travailler sous atmosphère lorsque les matériaux employés sont sensibles à l'oxydation. Cette méthode peut, par conséquent, se révéler onéreuse et délicate à mettre en œuvre.

Enfin, pour relaxer les contraintes résiduelles emmagasinées durant la projection, d'une part, et favoriser le développement des interactions physico-chimiques aux interfaces, d'autre part, un post-traitement thermique par recuit peut être réalisé sur la pièce revêtue, après projection. Quelle que soit la température et le temps de maintien imposés, qui dépendent de l'application et des matériaux mis en œuvre, la tenue thermomécanique du dépôt élaboré est alors augmentée. Cette technique peu onéreuse a, en revanche, l'inconvénient d'être lente puisqu'elle nécessite généralement un chauffage de plusieurs heures. En effet, la diffusion à l'état solide alors provoquée est bien plus lente que celle survenant pendant la projection puisque la pression de contact à l'interface y est peu élevée.

### 2.1.2. Projection à l'air

Le développement du procédé cold spray avec de l'air comme gaz propulseur est attendu dans l'industrie et peut être envisagé lorsque l'application le permet. Peu onéreuse, cette utilisation n'est toutefois pas sans contrainte. En effet, l'air possédant la masse volumique la plus élevée des trois gaz usuels en cold spray, il présente alors la vitesse la plus faible en sortie de pistolet. La vitesse d'impact des particules est donc diminuée. D'autre part, contrairement aux autres gaz, l'air n'est pas neutre vis-à-vis de l'oxydation. Ainsi, durant la projection, catalysée par la chaleur régnant dans la zone de recirculation (cf. Chapitre 1, § 3.1.3), l'oxydation de surface des matériaux provoque une perte d'adhérence des particules lors de l'impact. Par le rebond des particules, ce phénomène diminue le rendement de déposition et peut alors provoquer des collisions qui aboutissent à des vitesses d'impact encore inférieures. Pour pallier ces phénomènes, i.e. pour que les particules puissent adhérer dans ces conditions, des techniques expérimentales doivent être mises en place et la sélection de la poudre et des paramètres de projection optimisée.

Contrairement à la propulsion par de l'azote, les particules qui entrent en collision avec le substrat adhèrent mal ou rebondissent. L'objectif est donc d'élever cette adhérence par des prétraitements de surface, comme ceux présentés au paragraphe 2.1.1, puisque les post-traitements ne trouvent leur utilité que dans un deuxième temps, lorsque le revêtement a pu être généré. En effet, par décapage de la couche d'oxyde présente en surface ou par élévation de la température des matériaux, les échanges physico-chimiques sont favorisés et les effets néfastes de la couche d'oxyde, barrière vis-à-vis des interactions, peuvent être contrés (cf. § 1.3 et § 1.4).

Lorsque les prétraitements ne peuvent être appliqués, les résultats de cette étude permettent également de sélectionner la granulométrie de poudre à utiliser et les conditions dans lesquelles celle-ci doit être projetée. En effet, lorsque l'oxydation augmente et que la vitesse de projection diminue, il est nécessaire de choisir une poudre constituée de larges particules et de la projeter sous les conditions les plus sévères possible (cf. § 1.4). Ainsi, les particules oxydées présentent une vitesse comparable à celle des fines particules projetées avec de l'azote dans des conditions peu sévères. Leur énergie cinétique étant plus élevée, la température locale est augmentée et des interactions métallurgiques peuvent par conséquent se développer.

Toutefois, même projetées sous les conditions les plus sévères, les particules les plus larges peuvent ne pas atteindre des vitesses suffisantes pour que les phénomènes interfaciaux se développent. En effet, la vitesse d'impact diminue lorsque le diamètre des particules augmente puisque le coefficient de poussée est inversement proportionnel à ce dernier. Il est donc nécessaire, pour atteindre une température interfaciale propice aux interactions métallurgiques, de déterminer et conserver un compromis entre dimension de particule et vitesse d'impact.

## 2.2. Réduction des coûts de développement et de production

Avant que la chaîne de production des pièces destinées à être mises en service ne soit lancée, l'industriel qui décide de produire des revêtements par cold spray doit s'assurer de que le couple de matériaux pré-sélectionné convient bien au procédé. Puis, il doit déterminer des conditions de projection pour lesquelles le cahier des charges du revêtement est bien respecté pour ce qui est de la densité ou de la tenue thermomécanique par exemple. La multiplication



des essais à réaliser peut alors s'avérer onéreuse. Toutefois, les coûts liés à cette phase indispensable de développement, comme ceux occasionnés durant celle de production, peuvent être diminués en exploitant certains résultats de l'étude.

### 2.2.1. Phase de développement

Le développement d'une pièce revêtue passe par le choix de la poudre à utiliser ou encore du traitement de surface à appliquer pour permettre une bonne adhérence à coût réduit. La procédure classique de cette phase de développement, qui consiste à mener une étude paramétrique sur des revêtements épais, s'avère longue et onéreuse puisque de grandes quantités de gaz et de matière sont consommées. L'utilisation des outils développés dans cette étude doit permettre une réduction des coûts liés à une consommation excessive lors de cette phase de développement.

En effet, si plusieurs poudres métalliques ou des substrats de nature différente conviennent pour la réalisation d'une pièce industrielle, l'étude de l'adhérence des quelques splats\* par l'essai d'adhérence par choc laser « LASAT\* » permet d'orienter l'utilisateur vers le choix le plus approprié, i.e. celui répondant le mieux aux spécificités imposées par le cahier des charges. Il suffit pour cela de réaliser plusieurs échantillons présentant différentes particularités puis de comparer l'adhérence des splats\* correspondants. L'utilisateur peut ensuite sélectionner, en fonction de l'application, les paramètres adéquats. Par conséquent, la nature des matériaux utilisés ainsi que la granulométrie et la morphologie de la poudre projetée peuvent être judicieusement sélectionnées, après étude à faible coût.

Lorsque les interactions provoquées par la collision des matériaux ne suffisent pas, les effets des prétraitements appliqués sur les particules ou le substrat pour favoriser l'adhérence peuvent également être déterminés par l'étude de l'adhérence de particules élémentaires.

Enfin, la comparaison de l'adhérence d'échantillons obtenus dans différentes conditions de projection peut aboutir à la réduction de la consommation de gaz lors de la phase de production (cf. § 2.2.2). En effet, l'adhérence nécessaire et suffisante au bon fonctionnement de la pièce dépend de l'application industrielle et les conditions de projection correspondantes peuvent alors être optimisées.

En fonction des matériaux et de la morphologie de la poudre utilisés, des abaques corrélant conditions de projection, vitesse d'impact, développement des interactions métallurgiques et niveau d'adhérence peuvent être établis. En fonction de l'application, i.e. du cahier des charges, il doit alors être possible de s'affranchir de l'étude paramétrique réalisée sur des splats\* et de présélectionner directement les paramètres adéquats. Par exemple, certaines pièces nécessitent une adhérence maximale, atteinte dans certaines conditions ; en revanche, d'autres imposent la meilleure adhérence possible sans formation d'intermétallique, atteinte dans des conditions différentes. Par précaution, une validation expérimentale sur quelques particules élémentaires peut néanmoins être réalisée.

### 2.2.2. Phase de production

Lorsqu'un couple de matériaux convient à la projection cold spray et que les caractéristiques de la poudre sont favorables à l'adhérence des particules élémentaires, les conditions de projection peuvent être modifiées afin de réduire la consommation de gaz lors de la phase de production. En effet, les applications industrielles ne nécessitent pas toujours une

adhérence maximale. Afin d'ajuster le niveau d'adhérence nécessaire, les conditions de projection peuvent donc être optimisées par comparaison des informations acquises sur l'adhérence des splats\* lors de la phase de développement. La consommation de gaz durant la phase de production s'en trouve ainsi réduite.

Par l'étude de l'adhérence des splats\*, les caractéristiques de la poudre et les conditions de projection les plus adaptées sont sélectionnées lors de la phase de développement. Ainsi, la consommation de gaz et de matière est également réduite durant la phase de production. En effet, les paramètres favorables à l'adhérence augmentent l'efficacité de déposition et réduisent alors le rebond des particules, i.e. la perte de matière. Néanmoins, dans cette étude, les interactions entre particules durant le vol ont été négligées puisque les particules présentaient un aspect sphérique après impact, synonyme d'absence de collision en vol. La réduction de la consommation de matière en cours de production peut donc encore être améliorée par l'étude de l'influence du débit de poudre sur l'adhérence d'une couche mince. En effet, un débit de poudre trop élevé peut provoquer des collisions et ralentir les particules avant qu'elles n'entrent en contact avec le substrat. Leur adhérence peut alors diminuer, provoquant des rebonds et, par conséquent, une consommation excessive de matière. A l'inverse, un débit trop faible nécessite un nombre plus élevé de passages du pistolet au dessus du substrat pour réaliser un revêtement de la même épaisseur. La consommation de gaz est alors accrue.

L'atteinte de la vitesse d'accrochage des premières particules sur le substrat constitue une condition nécessaire à la construction du revêtement. Sa tenue mécanique ne peut toutefois se résumer à l'unique interaction entre une particule et le substrat. La notion de cohésion au sein du dépôt doit être prise en considération afin que les conditions de projection sélectionnées donc les vitesses d'impact générées soient aussi suffisantes pour permettre sa construction sur une épaisseur donnée. Celle-ci peut également être étudiée par la méthode développée dans ce mémoire, l'essai d'adhérence par choc laser appliqué aux splats\* (cf. § 2.3). Ainsi, un compromis entre consommation de gaz et de matière peut être déterminé et optimisé.

## 2.3. Etude de la cohésion du revêtement

L'étude présentée dans ce mémoire constitue la première étape de la compréhension de la tenue thermomécanique des revêtements. La démarche utilisée et les techniques développées se sont, en effet, révélées concluantes et les résultats ont donné alors accès à une corrélation entre mécanismes et niveau d'adhérence des splats\* donc de la première couche déposée. Cette méthode peut donc également être utilisée afin de mettre en évidence les mécanismes d'adhérence qui se produisent entre les particules elles-mêmes.

Par exemple, la face supérieure de la première couche du revêtement, générée par empilement de quelques particules qui se sont déformées en entrant en collision, constitue une nouvelle surface de contact pour les particules suivantes. Rugueuse, cette surface présente donc des propriétés différentes de celles du matériau massif correspondant à la nature de la poudre. Les particules qui composent la couche suivante entrent ainsi en collision avec un matériau de même nature mais plus dur. Leur adhérence donc celle des particules entre elles, i.e. la cohésion du revêtement, peut ainsi être ramenée à celle de splats\* écrasés sur un substrat de même nature et préalablement traité.

Naturellement, chaque couche de revêtement doit être étudiée afin de prendre en compte l'effet des passages successifs du pistolet au dessus de la zone de projection. Leur rugosité moyenne doit ainsi être déterminée, leur température estimée et leur microdureté mesurée. En

effet, lorsque le dépôt se construit, la température de préchauffage par convection augmente (cf. § 2.1.1), la distance de projection diminue et la vitesse d'impact des particules varie en conséquence. La densification d'une strate dépend donc de sa distance par rapport à l'interface ; proche de cette dernière, les couches les plus déformées peuvent être observées.

Ainsi, l'application des techniques développées à l'échelle de la particule dans cette étude permet de déterminer des abaques corrélant vitesse d'impact et adhérence des particules entre-elles. Ils donnent alors accès à la prédiction de la cohésion du revêtement en fonction de la vitesse donc des conditions de projection, via l'étude de l'adhérence de ses différentes couches. Une vitesse d'impact minimale nécessaire à la construction du dépôt peut également être déterminée et les conditions de projection optimisées (cf. § 2.2.2). Puis, une méthode de visualisation permettant un contrôle en production de la tenue du dépôt peut être mise en place afin de détecter toute diminution de la vitesse d'impact en-dessous du seuil minimal préalablement déterminé (cf. § 2.4).

Enfin, cette extension de l'étude de l'adhérence des particules élémentaires aux différentes couches du revêtement peut nourrir les modèles numériques multi-échelles. En effet, ces derniers intègrent les propriétés d'interface particule-substrat et particule-particule, à l'échelle microscopique, afin d'étudier le comportement d'une pièce en réponse à une sollicitation thermomécanique à l'échelle macroscopique. Ainsi, la tenue des revêtements peut être prédite.

## 2.4. Contrôle en production

Dans cette étude, une méthode de visualisation par caméra rapide a permis la mesure de la vitesse d'impact des particules. Les mécanismes d'adhérence ont ensuite été observés puis corrélés au niveau d'adhérence des particules, mesuré par essai d'adhérence par choc laser (« LASAT<sup>\*</sup> »). Ainsi, à une vitesse d'impact correspondait un niveau d'adhérence. Ce type de corrélation peut également être étendu à la cohésion au sein du dépôt (cf. § 2.3). Au cours de la production de pièces industrielles, la mise en œuvre de techniques de visualisation in situ peut donc être utile pour contrôler la tenue thermomécanique des revêtements obtenus en détectant toute diminution de la vitesse d'impact en-dessous d'un seuil minimal, préalablement déterminé (cf. § 2.3). Cela peut, en effet, s'avérer catastrophique une fois la pièce mise en service.

En effet, pour répondre aux caractéristiques imposées par le cahier des charges, une vitesse d'impact minimale peut être déterminée (cf. § 2.2.2 et § 2.3). Au dessus, l'adhérence ou la cohésion s'en trouve accrue ; en dessous, la zone concernée risque de fragiliser le revêtement ou de constituer une singularité propice à l'amorçage d'une fissure. En cours de projection, la méthode de visualisation peut enregistrer l'ensemble des vitesses d'impact et en détecter les diminutions indésirables. Si quelques particules dispersées n'atteignent pas la vitesse suffisante, cela peut ne pas présenter de conséquence significative sur la tenue du revêtement. En revanche, si un groupe de particules sont projetées en dessous de la vitesse requise, l'accès à l'historique de ces vitesses peut permettre à l'opérateur de déterminer si l'adhérence et la cohésion du revêtement généré s'en trouvent affectées. Dans ce cas, un post-traitement peut être envisagé pour pallier cette diminution de vitesse d'impact donc d'adhérence ou de cohésion et éviter ainsi un rebut (cf. § 2.1.1).

---

*Conclusion générale*

---



## Conclusion générale

Parce que les particules de poudre y sont propulsées aérodynamiquement par un gaz inerte et maintenues à l'état solide jusqu'au moment de l'impact, le procédé de projection dynamique par gaz froid, nommé « cold spray », est qualifié d'écologique et d'innovant. Il suscite ainsi l'intérêt des industriels depuis plusieurs années. De plus, la haute densification et la faible oxydation du revêtement obtenu permettent de réaliser des protections fiables contre la corrosion ou les contraintes thermomécaniques tout en préservant une bonne tenue mécanique du dépôt. Cette dernière, dont le niveau nécessaire varie en fonction des applications, constitue un critère essentiel pour la durée de vie de la pièce revêtue. Les mécanismes associés doivent donc impérativement être compris puis contrôlés en production. Toutefois, en cold spray, l'influence sur l'adhérence des phénomènes locaux aux interfaces, entre les particules et le substrat puis entre les particules elles-mêmes, durant la phase d'élaboration, n'est généralement pas prise en compte, les mesures et les analyses étant le plus souvent réalisées par des essais normalisés sur éprouvettes de grandes dimensions. De plus, ces phénomènes survenant aux interfaces n'ont, en cold spray, pas encore été élucidés.

Dans ce mémoire, les phénomènes qui provoquent l'adhérence à l'interface ont été étudiés, en fonction des conditions d'impact, à travers l'étude des mécanismes d'accrochage des particules élémentaires au substrat, nommées « splats ». Une méthode permettant de relier les conditions de projection aux conditions d'impact, aux mécanismes survenant entre la particule et le substrat durant l'impact et, enfin, au niveau d'adhérence des particules correspondantes, a pour cela été proposée. Cette étude s'est articulée autour de quatre axes complémentaires: la détermination des conditions d'impact, la simulation numérique de l'impact, l'étude de la phénoménologie à l'interface et la détermination du niveau d'adhérence des particules. En effet, la température de préchauffage et la vitesse d'impact préalablement déterminées ont nourri les conditions initiales des simulations numériques d'impact. Ces dernières ont permis de suivre localement l'évolution de grandeurs, proche de l'interface, et d'en déduire des zones à analyser et à comparer. Des observations à fine échelle ont alors pu être menées afin de comprendre la phénoménologie interfaciale, en fonction des conditions d'impact. Puis, une technique appropriée a été développée afin que l'adhérence des particules puisse être déterminée. Ainsi, en fonction des conditions d'impact, les mécanismes responsables de l'adhérence ont pu être mis en évidence et leur influence quantifiée.

Lors de l'impact en projection cold spray, les particules pénètrent dans le substrat et y sont donc confinées. Les déformations et les frottements engendrés entraînent une forte augmentation locale de température. L'influence de la température de préchauffage sur les phénomènes induits est donc difficile à étudier. Pour y parvenir, le procédé d'envol d'écailles par choc laser a été mis en œuvre dans cette étude. Il est l'unique procédé permettant de générer des projectiles fins et plats qui, lors de l'impact, ne pénètrent pas dans le substrat et évoluent donc le long de sa surface, sans confinement. Pour déterminer l'influence de la température de préchauffage sur les mécanismes à l'interface, l'étude de l'impact d'écailles,

projetées à des vitesses comparables à celles obtenues en projection cold spray, s'est donc substituée à celle de l'impact de particules. Dans ce mémoire, les deux procédés générateurs d'impacts ont été traités.

Les particules projetées en cold spray ne sont que faiblement préchauffées, tout comme le substrat lorsque le masque permettant la sélection des particules en fonction de leur vitesse d'impact est utilisé. En effet, les mesures expérimentales réalisées conjointement aux simulations numériques ont indiqué que leur température n'excédait pas 40°C. De plus, en fonction des conditions de projection, la vitesse d'impact des particules a été estimée à une valeur comprise entre 200 et 500 m.s<sup>-1</sup> par visualisation des particules à l'aide d'une caméra rapide, d'une part, et par simulation numérique de leur impact, d'autre part. Les paramètres du procédé d'écaillage par choc laser ont alors été optimisés afin que la vitesse d'impact des projectiles générés corresponde à celle des particules projetées en cold spray. Leur température de préchauffage a été imposée à l'aide d'un montage de chauffage par induction.

La modélisation numérique de l'impact a permis d'étudier l'évolution de grandeurs telles que la pression de contact et la température locale, le long de l'interface. Ce couple de paramètres influence, en effet, la vitesse donc le développement des interactions physico-chimiques entre la particule et le substrat. Son analyse a mis en évidence trois zones aux comportements différents. Du fond au bord de la particule, la pression de contact diminue rapidement, de 2000 à 50 MPa environ. En revanche, l'amplitude de la température est maximale (300°C environ) et atteinte le plus rapidement (approximativement 5 ns) dans la zone intermédiaire, située entre le fond et le bord de la particule.

Les trois zones prédéterminées ont ensuite été observées à fine échelle, pour différents diamètres et vitesses d'impact. Les phénomènes à l'interface ont ainsi été élucidés. Au fond des particules, seule la diffusion à l'état solide, sans recristallisation, a été détectée. En revanche, la zone intermédiaire est le siège d'interactions métallurgiques favorisées. Des intermétalliques dont la composition et la dimension peuvent être associées à une température locale donc à une vitesse d'impact, se forment (Figure 1). Au-delà d'une vitesse critique ( $V_3$ , cf. Figure 1), une phase amorphe qui résulte de l'éjection de matière provenant de la zone intermédiaire a été observée sur les bords de la particule. L'étude de l'influence du préchauffage via l'analyse d'écaillés projetés à différentes températures a permis de déterminer la température minimale (450°C) à partir de laquelle les phases intermédiaires détectées au-delà de la vitesse  $V_3$  peuvent se former. Ainsi, la température locale calculée par simulation numérique de l'impact s'est révélée être sous-estimée.

Enfin, pour permettre l'application de l'essai d'adhérence par choc laser « LASAT<sup>\*</sup> » aux splats, des simulations numériques ont été développées et les configurations de tir optimisées. Après calibration du laser de puissance utilisé lors des expériences, une méthode employant conjointement expériences et modélisation numérique a pu être mise en place pour mesurer l'adhérence de fines et larges particules, en fonction de leur vitesse d'impact. Comprise entre 140 et 600 MPa, l'adhérence des particules est favorisée par l'augmentation de la vitesse d'impact. D'autre part, malgré une épaisseur de couche d'oxyde quatre à cinq fois supérieure, estimée lors de la détermination des conditions d'impact, les particules les plus larges présentent un niveau d'adhérence deux fois plus élevé que celui des plus fines, à vitesse d'impact égale. L'influence de la couche d'oxyde sur le niveau d'adhérence et sur les interactions physico-chimiques qui se produisent à l'interface lors de l'impact a ainsi pu être étudiée.

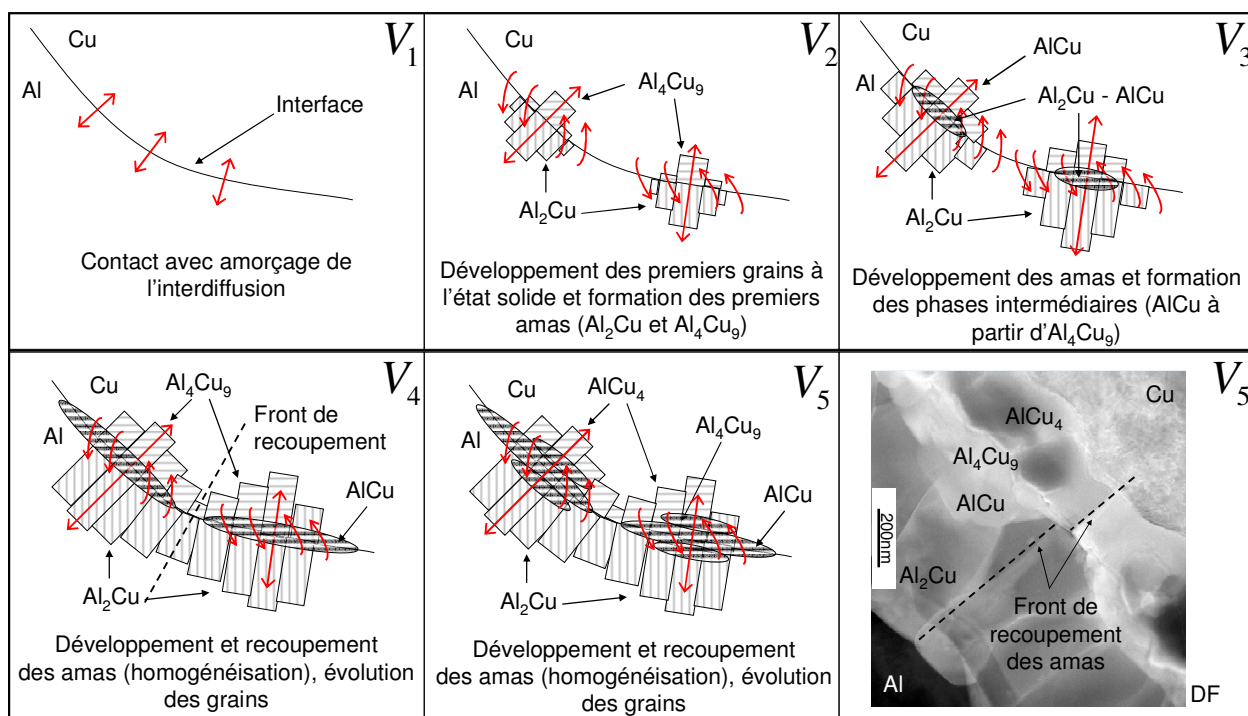


Figure 1 : Schéma récapitulatif de la chronologie des phénomènes physico-chimiques qui se produisent aux interfaces pour des vitesses d'impact croissantes

Les résultats obtenus dans les différents chapitres ont été confrontés afin de déterminer le niveau d'adhérence correspondant aux différentes étapes du développement des interactions métallurgiques (Tableau 1). Chaque stade (notés  $V_1$  à  $V_5$ , cf. Figure 1), induit une élévation d'environ 200MPa de l'adhérence. Les interactions métallurgiques, et la formation d'intermétalliques en particulier, favorisent donc l'adhérence. Cependant, une fois l'interface entièrement recouverte d'intermétalliques, seule l'épaisseur de ces derniers évolue. Pour des interfaces où tous les intermétalliques ont pu être formés, l'adhérence peut alors devenir constante, i.e. indépendante de leur épaisseur, ou diminuer si, trop épais, ils viennent à fragiliser l'interface. Le procédé d'accélération de poudre, préchauffée ou non, par choc laser peut permettre d'étudier ce phénomène.

L'influence de l'épaisseur de la couche d'oxyde sur le développement des phénomènes physico-chimiques à l'impact donc sur l'adhérence a également été déterminée et quantifiée. Si la couche d'oxyde joue le rôle de barrière vis-à-vis des interactions, ses effets peuvent être contrés par une élévation de la température le long de l'interface. Engendrée par projection de grosses particules dont la vitesse d'impact peut être plus faible ou par prétraitement thermique, l'augmentation de température nécessaire dépend de l'épaisseur de la couche et des matériaux projetés.

Phénomènes physico-chimiques (cf. Figure 1)	Niveau d'adhérence (MPa)
Diffusion avec cristallisation à l'état liquide développée	600
Diffusion avec cristallisation à l'état liquide	410
Diffusion avec cristallisation à l'état solide	230
Diffusion sans cristallisation	< 140

Tableau 1 : Estimation du niveau d'adhérence correspondant à des phénomènes interfaciaux donnés



Les techniques développées et les méthodes employées tout au long de cette étude ont ouvert des perspectives industrielles.

Via celle de splats déposés sur un substrat, l'étude de l'adhérence des particules entre elles pourra être menée. En effet, la simulation expérimentale d'une couche de dépôt sur laquelle d'autres particules viennent s'écraser peut être réalisée par des prétraitements mécaniques et thermiques à appliquer à un substrat de substitution. Au préalable, ces derniers devront toutefois être déterminés. La connaissance de ces mécanismes d'accrochage et des niveaux d'adhérence correspondants facilitera ainsi la compréhension de la cohésion au sein du dépôt. Un passage de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique pourra alors être construit. Des outils numériques multi-échelles adaptés pourront, par exemple, être développés afin de prédire la durée de vie des revêtements.

Malgré une couche d'oxyde initialement présente, l'amélioration de l'adhérence des revêtements par des procédés permettant le développement des interactions physico-chimiques, tant pour la propulsion à l'azote qu'à l'air, est aisément et rapidement accessible.

A travers l'étude paramétrique de particules élémentaires, l'utilisateur doit pouvoir sélectionner les matériaux, la morphologie et la granulométrie de la poudre à projeter, les conditions de projection et les traitements thermiques les plus adaptés à l'application. Par conséquent, les coûts liés aux phases de développement puis de production peuvent être diminués.

A plus long terme, la méthode de mesure d'adhérence de splats peut être privilégiée pour l'étude de la cohésion du revêtement, en sélectionnant judicieusement la nature du substrat et les prétraitements thermomécaniques à lui appliquer préalablement. Ces études paramétriques peuvent alors aboutir à des abaques indexant l'adhérence aux conditions de projection et nourrir ainsi les modèles multi-échelles qui tentent actuellement de prédire la tenue thermomécanique des revêtements, naturellement différente de celle des matériaux massifs correspondants. Une fois ces abaques constitués, afin d'optimiser les conditions de projection en fonction de l'application souhaitée, une vitesse d'impact nécessaire et suffisante pourra être déterminée pour conduire à l'adhérence souhaitée. Les propriétés des revêtements pourront alors être contrôlées en production.

---

*Annexes*

---



# ANNEXES

## Sommaire

<b>ANNEXE 1 : PROPRIETES DES MATERIAUX DE L'ETUDE.....</b>	<b>229</b>
<b>ANNEXE 2 : DETERMINATION ANALYTIQUE DE LA TEMPERATURE           ATTEINTE APRES PASSAGE DU PISTOLET COLD SPRAY.....</b>	<b>235</b>
<b>ANNEXE 3 : DIFFUSION FORCEE SOUS CONTRAINTE.....</b>	<b>239</b>



# ANNEXE 1 :

## PROPRIETES DES MATERIAUX DE L'ETUDE

<i>Matériaux massifs</i>	<i>Al / Al2017</i>	<i>Cu</i>	<i>Référence</i>
<i>Masse molaire <math>M</math> (g.mol<sup>-1</sup>)</i>	26,98	63,54	[ASM90]
<i>Masse volumique <math>\rho</math> (kg.m<sup>-3</sup>)<sup>1</sup></i>	2832 – 0,45 T / 2790 – 0,45T	9191 – 0,89 T	[ASM90]
<i>Température de fusion <math>T_{Fus}</math> (°C)</i>	660 / 520	1083	[SMI92]
<i>Température de vaporisation <math>T_{vap}</math> (°C)</i>	2520	2560	[SMI92]
<i>Chaleur latente de fusion <math>L_F</math> (J.mol<sup>-1</sup>)</i>	13020	10470	[SMI92]
<i>Conductivité thermique <math>k</math> (W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>)<sup>2</sup></i>	293 - 928 K    253 – 0,045T / 134 – 0,045T 928 - 938 K    10256 – 10,8 T 938 - 2793 K    103	293 - 1353 K    423 – 0,068 T 1353 - 1363 K    22114 – 16,1 T 1363 – 2833 K    170	[SMI92]
<i>Capacité calorifique molaire à pression constante <math>C_P</math> (J.K<sup>-1</sup>.mol<sup>-1</sup>)<sup>2</sup></i>	293 - 928 K    4,1868 (4,94 + 2,96.10 <sup>-3</sup> .T) 928 - 938 K    299,06 - 0,2876 T 938 - 2793 K    29,3	293 - 1353 K    4,1868 (5,41 + 1,4.10 <sup>-3</sup> .T) 1353 - 1363 K    – 80,334 + 0,082 T 1363 - 2833 K    31,4	[SMI92]
<i>Coefficient de diffusion à l'état solide <math>D_S</math> (m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>)<sup>3</sup></i>	$85 \cdot 10^{-6} \exp\left(\frac{-136100}{8,31 T}\right)$		[SMI92]
<i>Viscosité <math>\eta</math> (Pa.s)</i>	$0,149 \cdot 10^{-3} \exp\left(\frac{16500}{8,31 T}\right)$	$0,3 \cdot 10^{-3} \exp\left(\frac{30500}{8,31 T}\right)$	[SMI92]

	<i>Al / Al2017</i>	<i>Cu</i>	<i>Référence</i>
<i>Paramètre de choc s (sans unité)</i>	1,339	1,5	[AUR99]
<i>Vitesse du son dans le matériau <math>C_0 (m.s^{-1})</math></i>	5386	3960	[ARR04]
<i>Impédance acoustique Z (kg.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>)</i>	14973080	35362800	[ARR04]
<i>Limite élastique A (MPa)</i>	130 / 265	90	[JOHN93]
<i>Module d'écroutissage B (MPa)</i>	160 / 426	292	[JOHN93]
<i>Coefficient d'écroutissage</i>	0,41 / 0,34	0,31	[JOHN93]
<i>Dépendance à la température m</i>	1	1,09	[JOHN93]
<i>Module d'Young E (GPa)<sup>4</sup></i>	69	125	

<sup>1</sup> Interpolation linéaire des valeurs données dans la bibliographie.

<sup>2</sup> Interpolation linéaire des valeurs données dans la bibliographie sur différents domaines de température afin de simplifier la mise en données lors des calculs éléments finis en thermique.

<sup>3</sup> Coefficient de diffusion chimique Cu/Al pour 70 % at. De Cu.

<sup>4</sup> Module recalculé expérimentalement à partir des mesures de nanoindentation (cf. Chapitre 3, § 3.1)

<i>Matériaux massifs</i>	<i>Chromel</i>	<i>Alumel</i>	<i>Référence</i>
<i>Composition</i>	<i>Ni : 90% Cr : 10%</i>	<i>Ni : 95% Al : 2% Mn : 2%</i>	[MATW]
<i>Masse volumique <math>\rho (kg.m^{-3})</math></i>	8730	8610	[MATW]
<i>Température de fusion <math>T_{Fus} (°C)</math></i>	1430	1260	[MATW]
<i>Conductivité thermique <math>k (W.m^{-1}.K^{-1})</math></i>	19,2	29,7	[MATW]
<i>Capacité calorifique molaire à pression constante <math>C_P (J.K^{-1}.kg^{-1})</math></i>	448	523	[MATW]

## ANNEXE 2 :

### DETERMINATION ANALYTIQUE DE LA TEMPERATURE ATTEINTE APRES PASSAGE DU PISTOLET COLD SPRAY

#### A. Application à la gaine de 304L du thermocouple

Le thermocouple de type K possédant une soudure chaude avec retreint à la masse (cf. Chapitre 2, § 3.1.3) a été modélisé par une poutre elliptique de 300µm d'épaisseur (cf. Chapitre 3, § 3.2.2.2). L'épaisseur de la gaine de 304L qui recouvre la soudure a été prise en compte pour renseigner les dimensions de l'ellipse. Cette gaine de 50µm d'épaisseur est présente sur l'ensemble du pourtour du thermocouple et peut donc altérer les mesures de température réalisées. En effet, durant la sollicitation, si sa température est bien inférieure ou supérieure à celle de la soudure, la restitution ou le pompage de la chaleur peuvent survenir. Un modèle de mur semi infini appliqué au 304L est ici établi afin de déterminer quelle température peut être atteinte durant la sollicitation du thermocouple, avec un coefficient d'échange convectif de 7000 W.m<sup>-2</sup>.°C<sup>-1</sup>.

#### Modèle utilisé :

La gaine de 304L a été considérée comme une plaque semi infinie de 50µm d'épaisseur, en contact convectif forcé avec un milieu ambiant porté de T<sub>0</sub> à T<sub>f</sub>, selon un échelon (Figure A2-1). A chaque instant, la température a été supposée homogène dans la plaque, i.e. T<sub>surface</sub>(t) = T<sub>coeur</sub>(t). En effet, l'estimation du nombre de Biot\* a indiqué que le phénomène de convection en surface était négligeable devant le phénomène de diffusion de chaleur dans la matière :  $B_i = h.L / \lambda \ll 0,1$  avec L = 50µm,  $\lambda = 17 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ , et  $h < 7000 \text{ W.m}^{-2}.\text{°C}^{-1}$ .

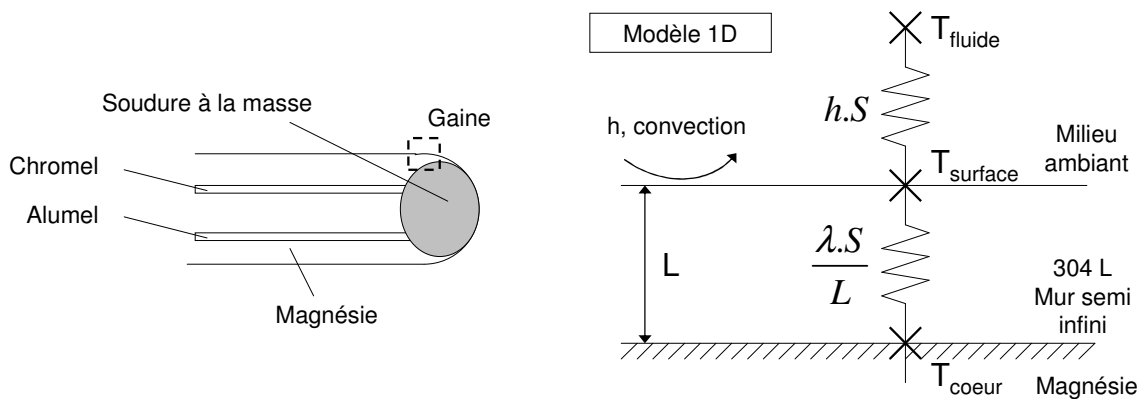


Figure A2-1 : Schéma du modèle utilisé pour le calcul de la température dans la gaine de 304L

Le bilan d'énergie associé à ce modèle qui s'écrit :  $\rho.C_p.v.\frac{\partial T}{\partial t} = h.S.(T_f - T) - \lambda.S.\frac{\partial T}{\partial x}$  (Eq. A2.1), avec  $C_p = 500 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ,  $\rho = 7900 \text{ Kg.m}^{-3}$ ,  $L = 50\mu\text{m}$ ,  $\lambda = 17 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ ,  $h < 7000 \text{ W.m}^{-2}.\text{°C}^{-1}$ ,  $T_f = 525\text{°C}$  et  $T(t=0) = 30\text{°C}$ , mène à la solution temporelle homogène suivante :

$$T = T_f + (T_0 - T_f) \cdot \exp\left(-\frac{h.t}{\rho.C_p.L}\right) \quad (\text{Eq. A2.2}), \text{ puisque } \frac{\partial T}{\partial x} \approx 0 \quad (B_i < 0,1).$$



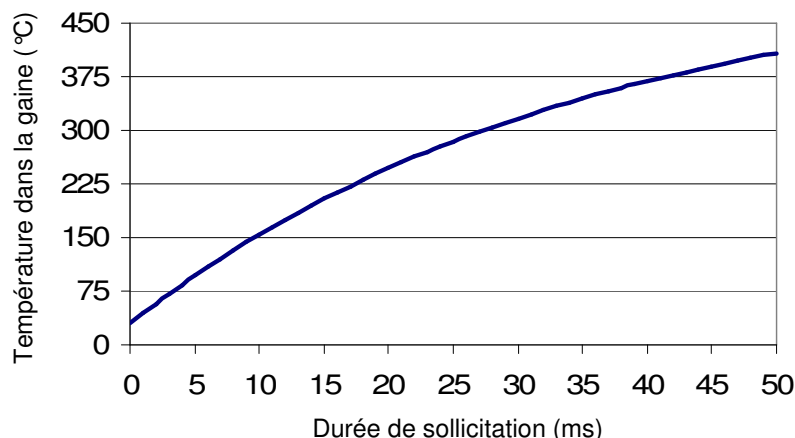


Figure A2-2 : Evolution de la température dans la gaine de 304L calculée analytiquement en fonction de la durée de la sollicitation

La température de la gaine augmente rapidement lors de la sollicitation (Figure A2-2). En 50ms, lorsque le coefficient d'échange convectif est de  $6400 \text{ W.m}^{-2}.\text{°C}^{-1}$ , elle dépasse 80% de la température du fluide. Avec une température supérieure à celle mesurée en moyenne dans la soudure, la gaine ne peut donc pas jouer le rôle de pompe à chaleur. La température mesurée n'est par conséquent pas sous-estimée.

Les expériences ont montré que pour une sollicitation similaire de 35ms, la soudure de chromel-alumel atteint une température moyenne de  $172^{\circ}\text{C}$  (cf. Chapitre 3, § 3.2.2.1). A durée de sollicitation identique, le calcul indique que la température de la gaine s'élève à  $375^{\circ}\text{C}$ . Si le refroidissement par convection de cette dernière n'est pas trop intense, elle risque de ralentir le refroidissement de la soudure ou de provoquer une surestimation de sa température. Parce que les densités de la gaine et de la soudure sont voisines et que l'extrémité du thermocouple est essentiellement constituée de chromel-alumel, l'erreur sur l'estimation des coefficients d'échange convectif n'est que légère. Toutefois, les résultats pourraient être affinés par la modélisation de l'ensemble de la partie laminée du thermocouple lors du calcul des coefficients d'échange convectif par simulation numérique tridimensionnelle.

## B. Application au substrat d'aluminium

Un modèle similaire autorisant la diffusion non instantanée de la chaleur à travers le matériau a été utilisée afin d'estimer l'élévation de la température d'un substrat d'aluminium, de 3mm d'épaisseur, induite par le passage du pistolet cold spray, sans avoir recourt à la simulation numérique. Chaque tranche verticale du substrat évolue donc indépendamment des autres ; aucune diffusion latérale n'a été autorisée. La solution analytique correspondante s'écrit alors:

$$\frac{T - T_0}{T_f - T_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{th}t}}\right) - \left[\exp\left(\frac{h \cdot x}{\lambda} + \frac{h^2 \cdot D_{th} \cdot t}{\lambda^2}\right)\right] \cdot \left[1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{th}t}} + \frac{h\sqrt{D_{th}t}}{\lambda}\right)\right] \quad (\text{Eq. A2.3})$$

avec :  $T(t,x)$  : la température à l'instant  $t$  et à la position  $x$  ( $^{\circ}\text{C}$ )  
 $T_f$  : la température du fluide de la zone du jet considérée ( $^{\circ}\text{C}$ )

$T_0$  : la température initiale du matériau lors de la sollicitation par la zone n, égale à la température finale lors de la sollicitation par la zone n-1 ( $^{\circ}\text{C}$ )

$D_{th}$  : la diffusivité thermique du matériau, égale à  $\lambda / \rho.C_p$  ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ )

$h$  : le coefficient d'échange convectif de la zone de jet considérée ( $\text{W.m}^{-2}.\text{^{\circ}C}^{-1}$ )

$\lambda$  : la conductivité thermique du matériau ( $280 \text{ W.m}^{-1}.\text{^{\circ}C}^{-1}$ )

$\rho$  : la masse volumique ( $2700 \text{ Kg.m}^{-3}$ )

$C_p$  : la capacité calorifique ( $900 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{^{\circ}C}^{-1}$ )

La mesure et le calcul préalables de la température du fluide et des coefficients convectifs associés en fonction des différentes zones du jet ont permis d'imposer une sollicitation plus représentative que précédemment (cf. § A). Chaque zone du jet présente, dans ce modèle, des conditions limites (de température et de coefficient d'échange convectif) constantes et la durée d'interaction dépend de la vitesse de traverse du pistolet (Figure A2-3.a). L'intensité des conditions de chaque zone sont celles estimées au Chapitre 3 (§ 3.2.1 et 3.2.2), au centre, au bord et à l'extérieur du jet, et correspondent aux conditions de projection 3MPa et 600°C. Tout point du substrat est affecté thermiquement par cette sollicitation temporelle (Figure A2-3.b).

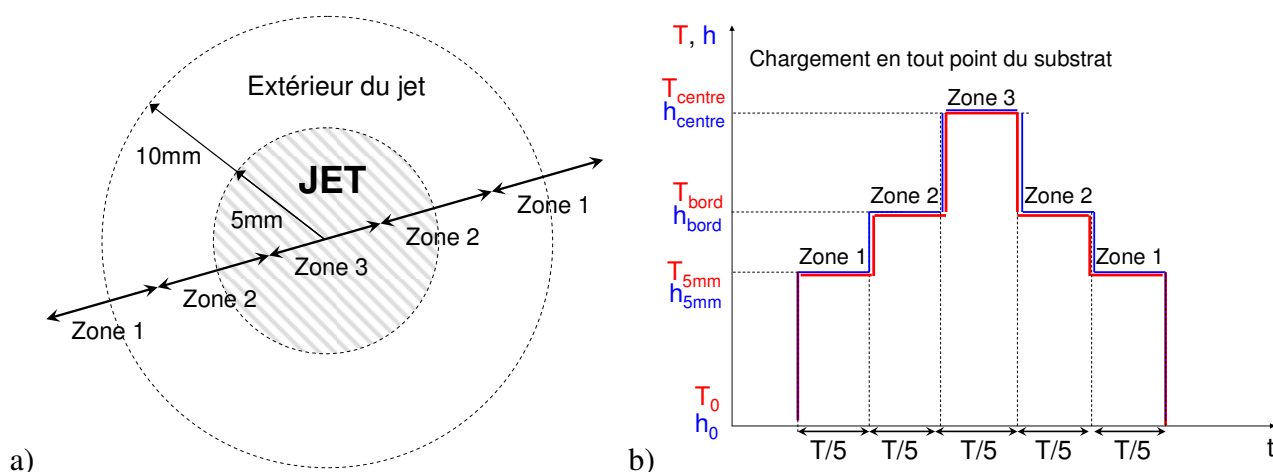


Figure A2-3 : Schéma de la sollicitation spatiale et temporelle d'un point sous le jet cold spray

L'évolution temporelle de la température du substrat a été calculée de proche en proche, à 20µm de la surface : la solution de la sollicitation par la zone n-1 pendant une durée  $\Delta t$  constitue les paramètres d'entrée du calcul de la sollicitation par la zone n. Deux vitesses d'avance ont été considérées pour le pistolet : 100 et 10  $\text{mm.s}^{-1}$ . Chaque zone du jet impose donc ses conditions limites pendant 50 et 500ms respectivement. Le niveau de température atteint par le substrat a été résolu à l'aide d'un tableur (Tableaux A2-1 et A2-2).

Sollicitation spatiale		Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 2	Zone 1
Temps après sollicitation (ms)	0	50	100	150	200	250
Conditions limites $T$ ( $^{\circ}\text{C}$ ) / $h$ ( $\text{W.m}^{-2}.\text{^{\circ}C}^{-1}$ )	30 / 1000	418 / 3000	420 / 4500	525 / 6400	420 / 4500	418 / 3000
Température après sollicitation ( $^{\circ}\text{C}$ )	30	41	75	85	98	107

Tableau A2-1 : Calcul analytique de la température du substrat lors du passage du pistolet cold spray à 100  $\text{mm.s}^{-1}$

La température maximale atteinte par le substrat lors de la traversée du pistolet à  $100\text{mm.s}^{-1}$ , sous des conditions de 3MPa et  $600^{\circ}\text{C}$ , avoisine  $105^{\circ}\text{C}$  (Tableau A2-1). Cette intensité s'avère proche de celle calculée par simulation numérique bidimensionnelle (cf. Chapitre 3, § 3.2.3.1), à l'aide du code de calcul Zebulon. Néanmoins, la convergence des résultats en régime permanent n'indique pas la validité de ce modèle simplifié pour estimer le préchauffage d'un matériau par passage rapide du jet cold spray. En effet, à durée de sollicitation identique, 250ms, ce modèle surestime d'environ 20% la température du substrat, estimée à  $80^{\circ}\text{C}$  par simulation numérique sans préchauffage par la partie amont de la zone considérée (cf. Chapitre 3, Figure III-39.d). Cette erreur est certainement due à la sollicitation par paliers imposée dans ce modèle (Figure A2-3). Les résultats pourraient alors être affinés par sa discrétisation de manière plus raffinée.

Sollicitation spatiale		Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 2	Zone 1
Temps après sollicitation (s)	0	0,5	1	1,5	2	2,5
Conditions limites $T (^{\circ}\text{C}) / h (\text{W.m}^2. ^{\circ}\text{C}^{-1})$	30 / 1000	418 / 3000	420 / 4500	525 / 6400	420 / 4500	418 / 3000
Température après sollicitation ( $^{\circ}\text{C}$ )	30	63	107	178	208	226

Tableau A2-2 : Calcul analytique de la température du substrat lors du passage du pistolet cold spray à  $10\text{mm.s}^{-1}$

La température maximale atteinte lors du passage du jet cold spray à  $10\text{mm.s}^{-1}$  approche  $225^{\circ}\text{C}$  (Tableau A2-2). Une sous-estimation d'environ 20% a dans ce cas été mise en évidence par rapport à la simulation numérique, à durée de sollicitation identique et sans préchauffage. Le lent déplacement du pistolet favorise en effet la diffusion latérale dans le substrat qui préchauffe ainsi les zones qui n'ont pas encore été sollicitées. Cette diffusion semble avoir un effet prépondérant par rapport au profil de sollicitation simplifié proposé dans ce modèle. Ainsi, une discrétisation de ce dernier ne permettrait pas la réduction de cette erreur, contrairement au cas du déplacement rapide du pistolet.

Malgré des différences de l'ordre de 20% par rapport à la simulation numérique, ce modèle analytique monodimensionnel simplifié reste un outil rapide à mettre en œuvre pour obtenir une première approximation de la température du substrat lors de la traversée du pistolet cold spray, quelque soit le matériau considéré. Si les résultats convergent d'autant que la sollicitation est discrétisée et que le pistolet se déplace rapidement, la simulation numérique bidimensionnelle reste l'outil le plus précis et le seul applicable à l'ensemble des cas de figure.

L'étude de l'échauffement par passages successifs du pistolet au dessus du substrat, utile pour le contrôle de l'élaboration des dépôts cold spray, pourrait également être menée. L'utilisation de la simulation numérique 2D doit permettre l'obtention de résultats représentatifs. Le modèle analytique, quant à lui, cumule les erreurs à chaque passage du jet. En effet, la durée entre deux sollicitations se révèle être le siège d'une diffusion latérale de chaleur. Ainsi, plus le temps entre deux passages est long, plus les résultats doivent diverger, entre les deux modèles.

## ANNEXE 3 :

### DIFFUSION FORCEE SOUS CONTRAINTE

Les simulations numériques d'impact à grande vitesse de particules sur un substrat ont révélé l'élévation de la température et de la pression de contact, le long de l'interface (cf. Chapitre 4). Les observations à fine échelle, en transmission, ont ensuite mis à jour l'intense diffusion qui en résulte entre les matériaux au moment de l'impact (cf. Chapitre 5). Sur les bords de la particule, la fusion majoritairement a été responsable de l'apparition de composés intermédiaires. Au fond de la particule, en revanche, aucune trace évidente de fusion n'a été détectée ; le seul indice tangible étant l'épaisseur de diffusion, de l'ordre du micron. Dans des conditions standard de diffusion à l'état solide, i.e. à pression atmosphérique pour des matériaux chauffés à 300°C,  $10^4$  secondes seraient nécessaires pour atteindre une telle interaction. A l'état liquide, en revanche,  $10^{-4}$  seconde suffit. Il serait donc raisonnable d'opter pour de la fusion dans cette zone de l'interface. Toutefois, il serait envisageable que les conditions extrêmes de pression de contact contribuent à favoriser la diffusion à l'état solide. Afin de nous en persuader, des expériences de diffusion forcée sous contrainte, à 250°C, ont été menées à l'aide d'une presse de 18 tonnes.

#### Matériel et spécimens utilisés :

Des échantillons de cuivre et d'aluminium ont été réalisés à partir de tôles laminées de 3mm d'épaisseur. De dimensions respectives 30x30x3mm<sup>3</sup> et 20x20x3mm<sup>3</sup>, ces derniers ont été polis miroir avant expérience, afin de réduire au maximum l'oxydation de surface et d'éviter l'ancrage mécanique lors des expériences.

Une presse de 18 tonnes a été utilisée pour mettre sous contrainte les échantillons et ainsi appliquer une pression de contact de plusieurs centaines de mégapascals. Des poids d'acier trempé ont joué le rôle de cales et ont permis de mettre les plaques en contact puis de les comprimer. Leur géométrie a autorisé le contact sur une section circulaire constante de 20mm de diamètre (Figure A3-1).

Un four sous atmosphère contrôlée a permis de préchauffer les échantillons et les poids avant la mise en contact sous la presse. La mise en température a été réalisée sous vide (0,2Pa) afin d'éviter la dégradation de l'état de surface des plaques de cuivre et d'aluminium, et favoriser ainsi les interactions métallurgiques.

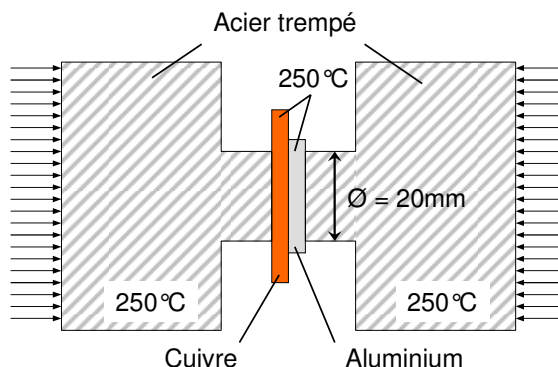


Figure A3-1 : Schéma de l'expérience de diffusion forcée sous contrainte

La mise sous pression des matériaux a été réalisée sous atmosphère ambiante. Pour éviter toute déperdition thermique durant l'expérience, les poids d'acier trempé ont également été

portés à 250°C. Ainsi, durant la mise en contact, ces derniers qui présentent une forte inertie ont restitué aux échantillons la chaleur perdue pendant l'expérience.

L'importante pression de contact imposée à l'interface entre les matériaux a fortement déformé les plaques. Afin de conserver une surface de contact sous pression constante, les dimensions des poids en contact avec les échantillons ont été choisies inférieures à celle de ces derniers. Ainsi, la pression de contact a été conservée homogène et constante durant l'essai.

### Expériences et résultats :

Deux expériences de diffusion sous contrainte ont été menées avec un préchauffage de 250°C : l'une imposant une pression de contact de 65MPa, et l'autre de 460MPa. Pour les porter à la température souhaitée, les poids d'acier trempé ont été placés dans le four durant 2h ; leur température a ensuite été contrôlée à l'aide d'un pistolet thermique, dont le capteur mesure le rayonnement des pièces ciblées. Les échantillons ont ensuite été préchauffés pendant 10min, sous un vide de 0,2Pa. A 250°C, les différentes pièces ont été placées sous la presse (Figure A3-1), où elles ont été mises sous contrainte pendant 75 secondes, avant d'être refroidie par trempe à l'eau, afin de bloquer toute interaction.

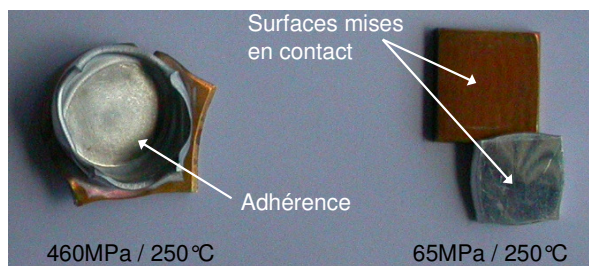


Figure A3-2 : Observation macroscopique des spécimens après mise en contact sous pression à 250°C durant 75s

Contrairement à l'interface générée sous 460MPa, celle du spécimen élaboré sous 65MPa s'est révélée peu adhérente. Celle-ci s'est en effet décohésionnée au moment de la trempe à l'eau, sous la relaxation des contraintes engendrées par la dilatation thermique et la déformation des matériaux (Figure A3-2). Seule l'analyse de l'interaction produite sous haute pression de contact a donc été menée. A l'aide de la microsonde (cf. Chapitre 2, § 3.1.3), des analyses de la composition chimique de l'interface ont été réalisées dans différentes zones de l'échantillon afin de quantifier l'épaisseur de diffusion des espèces (Figure A3-3). Les pointés de chaque profil ont été réalisés perpendiculairement à l'interface, tous les microns, avec une sonde d'environ 1µm. Avec une épaisseur supérieure à 5µm, la diffusion s'est révélée importante et homogène sur toute la surface de contact des échantillons.

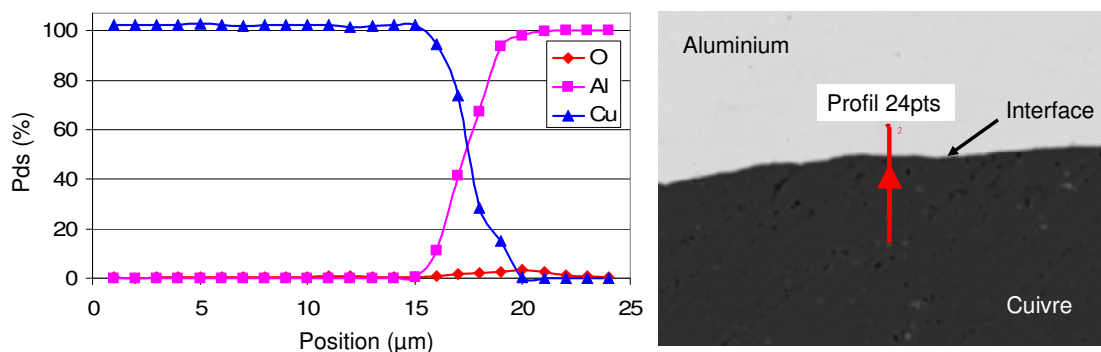


Figure A3-3 : Analyse de la diffusion à travers l'interface à l'aide de la microsonde

### Conclusion et perspectives :

Durant ces expériences, la diffusion s'est opérée à l'état solide, à 250°C. La mise sous contrainte a élevé la constante de diffusion de  $10^{-18}$  à  $10^{-13} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ . La pression de contact favorise donc considérablement les interactions métallurgiques entre le cuivre et l'aluminium. De plus, une variation de 65 à 460MPa a provoqué une bien meilleure adhérence, et donc interdiffusion, qu'une variation de 0,1 à 65MPa. Il se peut donc que l'influence de ce paramètre soit exponentielle, plutôt que logarithmique. Afin de s'en assurer, des expériences complémentaires doivent être menées (Tableau A3-1). Celles-ci renseigneront également sur l'aspect couplé ou non des paramètres de pression de contact et de température.

Au fond des particules projetées par cold spray, la pression de contact est bien supérieure à 460MPa. Dans cette zone, l'hypothèse d'une diffusion à l'état solide sur une épaisseur d'1µm n'est par conséquent pas à exclure.

Pression de contact (MPa)	Température (°C)	Durée d'interaction (s)
460	250	25
		50
		100
460	150	75
	350	
230	150	75
	250	
	350	
920	150	75
	250	
	350	

Tableau A3-1 : Expériences complémentaires à réaliser pour étudier l'influence de la pression sur la diffusion

Ce plan d'expériences, non exhaustif, permettra en tout premier lieu de vérifier que la mise sous contrainte de l'interface n'altère pas l'évolution de l'épaisseur de diffusion, en racine carré du temps d'interaction,  $Ep = \sqrt{D_{Cu,Al} \cdot t}$ . Puis, si l'influence des deux paramètres P et T est découplée, l'analyse sous hautes pressions de la diffusion à différentes températures aboutira dans chaque cas à la détermination du coefficient directeur de la relation linéaire entre la température et le logarithme du coefficient de diffusion,  $\log(D_{Cu,Al}) = k_{(P)} \cdot T$ . Dans le cas contraire, l'influence du niveau de contrainte imposé lors de l'expérience sur cette relation sera alors établie et des abaques seront constituées. Enfin, l'analyse de l'épaisseur de diffusion en fonction de la pression de contact autorisera l'établissement d'une loi qui, une fois extrapolée aux très faibles durées d'interactions, permettra de conclure définitivement quant au caractère solide de la diffusion survenant au fond des particules projetées par cold spray.



---

## *Références bibliographiques*

---





## Références bibliographiques

- [ABBA01]: M. Abbasi, A. Karimi Taheri, M.T. Salehi, "Growth rate of intermetallic compounds in Al/Cu bimetal produced by cold roll welding process", Journal of Alloys and Compounds, 319 (2001) 233-241
- [ADDA66]: Y. Adda, J. Philibert, "La diffusion dans les solides", PUF, (1966) 2 vol.
- [ALKI90]: A.P. Alkimov, V.F. Kosarev and A.N. Papyrin, "A method of Cold Gas Dynamic Deposition", Doklady Akademii Nauk SSSR, 318(5) (1990) 1062-1065
- [ALKI95]: A.P. Alkhimov, A.N. Papyrin, V.F. Kosarev, N.I. Nesterovich, M.M. Shushpanov, "Method and device for coating", European patent 0-484 533 B1 (1995)
- [ALKI01]: A.P. Alkimov, V.F. Kosarev, S.V. Klinkov, "The feature of Cold Spray nozzle design", Journal of Thermal Spray Technology 10 (2) (2001) 375-381
- [ALKI02]: A.P. Alkimov, V.F. Kosarev, S.V. Klinkow, A.N. Papyrin, "On the interaction of high speed particles of cold spray with a substrate under the cold spray", International Thermal Spray Conference, E. Lugsheider and CC. berndt Ed., March 4-6 (2002), Essen, Germany, DVS Deutscher Verband für Schweissen, Düsseldorf, Germany (2002) 380-385
- [ANDE70]: N.C. Anderholm, "Laser-generated stress waves", Applied Physics Letter, 16(3) (1970) 113-114
- [ANTO03]: T. Antoun, L. Seaman, D.R. Curan, G.I. Kanel, S.V. Razorenov, A.V. Utkin, "Spall Fracture", Ed. Springer -Verlag, New York, (2003) 176-197
- [ARR04]: M. Arrigoni, "Influence de la rugosité, porosité et de l'épaisseur sur des cibles bimatériaux soumises au procédé LASAT (LASer Adhérence Test)", Thèse de doctorat, Université de Poitiers (2004)
- [ARRI06]: M. Arrigoni, S. Barradas, M. braccini, M. Dupeux, M. Jeandin, M. Boustie, C. Bolis, L. Berte, "A comparative study of three adhesion tests (EN 582, similar to ASTM C633, LASAT (LASer Shock Adhesion Test), and bulge and blister test) performed on plasma sprayed copper deposited on aluminum 2017 substrates", Journal of Adhesion Science and Technology, 20(5) (2006) 471-487
- [ASM90]: Metals handbook, vol 2, "Properties and selection: non ferrous alloys and special-purpose materials", ASM Int. (1990)

- [ASSA03]: H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, H. Kreye, "Bonding mechanism in cold gas spraying, Acta Materialia, 51 (2003) 4379-4394
- [AUR99]: E. Auraix, M. Boustie, J.P. Romain, "Improvement of the laser spallation technique using an amplifying layer. Experimental and numerical approach", in: Shock Compression of Condensed Matter – 1999, ed. M.D. Furnish, L.C. Chhabildas, R.S. Hixson, AIP, (2000) 1211-1214
- [BAHB04]: F. Bahbou, P. Nylen, G. Barbezat, "A parameter study of the Protal® process to optimise the adhesion of Ni5Al coatings", in: Thermal Spray Solutions: Advances in Technology and Application, ITSC 2004, Osaka (Japan), (2004) 5 p.
- [BARK70]: L.M. Barker, R.E. Hollenbach, "Shock-Wave Studies of PMMA, Fused Silica, and Sapphire", Journal of Applied Physics, 41 (1970) 4208-4226
- [BARK72]: L.M. Barker, R.E. Hollenbach, "Laser interferometer for measuring velocities of any reflecting surface", Journal of Applied Physics, 43(11) (1972) 4669-4675
- [BARR04]: S. Barradas, M. Jeandin, M. Arrigoni, M. Boustie, H.L. He, C. Bolis, L. Berthe, "Study of adhesion of copper coating obtained by laser-Assisted plasma spraying-PROTAL(r) using the LAser Shock Adhesion Test (LASAT)", Journal of Materials Science, 39 (2004) 2707
- [BARR05]: S. Barradas, R. Molins, M. Jeandin, M. Arrigoni, M. Boustie, C. Bolis, L. Berthe, M. Ducos, "Application of laser shock adhesion testing to the study of the interlamellar strength and coating-substrate adhesion in cold sprayed copper coating of aluminium", Surface and Coatings Technology 197 (2005) 18-27
- [BARR07]: S. Barradas, V. Guipont, R. Molins, M. Jeandin, M. Arrigoni, M. Boustie, L. Berthe, M. Ducos, "Laser shock Flier Impact Simulation of particle-substrate interactions in cold spray", Journal of Thermal Spray Technology, 16(4) (2007) 548-556
- [BENS70]: R. Bensimon, "Les matériaux métalliques", PYC, (1970)
- [BERT98]: L. Berthe, "Processus de claquage de milieux transparents sous irradiation laser. Application au choc laser en régime confiné par eau", Thèse de doctorat, Université de Paris XI Orsay (1998)
- [BOLI04]: C. Bolis, "Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multicouches. Application au test d'adhérence par chocs laser", Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2004
- [BOLI07]: C. Bolis, L. Berthe, M. Boustie, M. Arrigoni, S. Barradas, M. Jeandin, "Physical approach to adhesion testing using laser-driven shock waves", Journal of Physics D: Applied Physics, 40 (2007) 3155-3163
- [BOUS96]: M. Boustie, T. De Resseguier, M. Hallouin, A. Migault, J.P. Romain, D. Zagouri, "Some applications of laser-induced shocks on the dynamic behaviour of materials", Laser Part. Beams, 14(2) (1996) 225-235

- [BOUS06-2]: M. Boustie, M. Arrigoni, J. Jerome, L. Berthe, C. Bolis, M. Jeandin, S. Barradas, "The Flier Laser Shock Adhesion Test (F-LASAT) as an extension of the LASAT Test for coating/substrate systems thickness above the millimetric range", Surface Modification Technologies 18, Eds. TS Sudarshan, M. Jeandin, J.J. Stiglich, IoM, London, U.K., (2006) 271-275
- [BOUS07]: M. Boustie, J.P. Quq-Lelandais, C. Bolis, L. Berthe, S. Barradas, M. Arrigoni, T. De Resseguier, M. Jeandin, "Study of damage phenomena induced by edge effects into materials under laser driven shocks", Journal of Physics D: Applied Physics, 40 (2007) 7103-7108
- [BROS92]: F. Brossa, F. Dos Santos Marques, "Processing and microstructural studies of electron beam processes plasma-sprayed Al, Cu and Al-Cu coatings", in: Surface Modification Technologies 5, ed. T.S. Sudarshan, J.F. Braza, Institute of materials, (1992) 853-860
- [CALV88]: F.A. Calvo, A. Urena, J.M. Gomez De Salazar et al., "Special features of the formation of the diffusion bonded joints between copper and aluminium", Journal of materials science, 23 (1988) 2273-2280
- [CATH91]: A. Catherinot, D. Damiani, C. Champeaux et al., "Photoablation par laser, in: Lasers de Puissance et Traitements des Matériaux", PPUR, (1991) 19-57
- [CAUB93]: R. Cauble, D.W. Phillion, T.J. Hoover, N.C. Holmes, J.D. Kilkenny, R.W. Lee, "Demonstration of 0.75 Gbar planar shocks in x-ray driven colliding foils", Physical Review Letters, 70 (1993) 2102-2105
- [CHAL91]: P.R. Chalker, S.J. Bull, D.S. Rickerby, "A review of the methods for the evaluation of coating-substrate adhesion", Materials Science and Engineering, A140 (1991) 583-592
- [CHAN04]: Chang-Jiu Li, Wen-Ya Li, H. Fukanuma, "Impact fusion phenomenon during cold spraying of zinc", in: Thermal Spray Solutions : Advances in Technology and Application, ITSC 2004, Osaka (Japan), (2004) 6 p.
- [COTT88]: F. Cottet, A. NG, L. Da Silva, L. Marty, "Spallation under the action of a laser induced shock wave", Journal de Physique, colloque C3, supplément au n°9, tome 49, (1988) 419-423
- [COTT89]: F. Cottet, M. Boustie, "Spallation studies in aluminum targets using shock waves induced by laser irradiation at various pulse durations", Journal of Applied science, 66(9) (1989) 4067-4073
- [CROS82]: B. Crossland, "Explosive welding of metals and its application", Clarendon press, (1982)
- [DARQ03]: E. Darque-Ceretti, E. Felder, "Adhésion et adhérence", Sciences et Techniques de l'Ingénieur, CNRS Edition, (2003)

- [DONA71]: C.D. Donaldson, R. S. Snedeker, "A study of free jet impingement. Part 1. Mean properties of free and impinging jets", Journal of Fluid Mechanics, 45(2) (1971) 281-319
- [DUPE04] : M. Dupeux, "Aide-mémoire Science des Matériaux", Dunod, (2004). 73-89
- [DYKH98]: R. Dykhuizen, M. Smith, "Gas dynamic principles of Cold Spray", Journal of Thermal Spray Technology, 7 (2) (1998) 205-212
- [DYKH99]: R.C. Dykhuizen, M.F. Smith, D.L. Gilmore et al., "Impact of high velocity cold spray particles", Journal of Thermal Spray Technology, 8 (1999) 559-564
- [DYKH03]: R.C. Dykhuizen, R.A. Neiser, "Optimizing the cold spray process", in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau, B. Marple, ASM, Ohio (USA), (2003) 19-26
- [FABB90]: R. fabbro, J. Fournier, P. Ballard, D. Devaux, J. Virmont, "Physical study of laser-produced plasma in confined geometry", Journal of Applied Physics, 68(2) (1990) 775-784
- [FOLI01]: F. Folio, J. Michler, G. Barbezat, "Influence of laser surface preparation on adhesion of thermally sprayed coatings", Surface Engineering, 17 (2001) 490-494
- [FUKA06]: H. Fukanuma, N. Ohno, B. Sun, R. Huang, "The influence of particle morphology on in-flight particle velocity in cold spray", in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 97-101
- [FUKA06-2]: H. Fukanuma, N. Ohno, B. Sun, R. Huang, "In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray", Surface and Coatings Technology, 201 (2006) 1935-1941
- [FUKA08]: M. Fukumoto, H. Terada, K. Satoh, M. Mashiko, M. Yamada, "Improvement in deposition efficiency of copper particles onto metallic substrate in cold spray process", in: Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 738-743
- [FUKU07]: M. Fukumoto, H. Wada, K. Tanabe, M. Yamada, E. Yamaguchi, A. Niwa, M. Sugimoto, M. Izawa, "Deposition behaviour of sprayed metallic particle on substrate surface in cold spray process", in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 96-101
- [FUKU09]: M. Fukumoto, M. Mashiko, M. Yamada, "Deposition behaviour of copper particles onto flat substrate surface in cold spraying", in : Thermal Spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Las Vegas (USA), (2009) 273-278
- [FUNA71]: Y. Funamizu, K. Watanabe, "Interdiffusion in the Al-Cu system", Materials Transactions JIM, 12 (1971) 147-152

- [GANG07]: LI Gang, WANG Xiao-fang, LI Wen-ya, “Effect of different incidence angles on bonding performance in cold spraying”, The Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17(2007) 116-121
- [GÄRT06]: F. Gärtner, T. Stoltenhoff, J. Voyer, H. Kreye, S. Riekehr, M. Koçak, “Mechanical properties of cold-sprayed and thermally sprayed copper coatings”, Surface and Coatings Technology, 200 (2006) 6770-6782
- [GASS01]: H. Gassot, “Etudes de la stabilité mécanique des cavités supraconductrices et de la méthode de rigidification par projection thermique de cuivre”, Thèse de doctorat, Institut de Physique Nucléaire, Orsay (2001)
- [GILL95]: S.C. Gill, W. Kurz, “Rapidly solidified Al-Cu alloys-II. Calculation of the microstructure selection map”, Acta Metallurgica Materials, 43(1) (1995) 139-151
- [GRUJ03]: M. Grujicic, J.R. Saylor, D.E. Beasley et al., “Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process”, Applied Surface Science, 219 (2003) 211-227
- [GRUJ04]: M. Grujicic, C.L. Zhao, C. Tong, W.S. DeRosset, D. Helfrich, “Analysis of the impact velocity of powder particles in the cold-gas dynamic-spray process”, Materials Science and Engineering A, 368 (2004) 222-230
- [GUIL94]: P. Guilaldenq, “Diffusion dans les métaux”, Techniques de l’Ingénieur, M55 (1994)
- [GUPT90]: V. Gupta, A.S. Argon, J.A. Corine et al., “Measurement of interface strength by laser-pulse-induced spallation”, Materials Science and Engineering, A126 (1990) 105-117
- [GUPT92]: V. Gupta, A.S. Argon, D.M. Parks et al., “Measurement of interface strength by a laser spallation technique”, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 40 (1992) 141-180
- [GUPT93]: V. Gupta, J. Yuan, “Measurement of interface strength by the modified laser spallation technique”, Journal of Applied Physics, 74(4) (1993) 2397-2404
- [GUPT95]: V. Gupta, “System and method for measuring the interface tensile strength of planar interfaces”, US patent 5-438 402 (1995)
- [HANG08]: C.J. Hang, C.Q. Wang, M. Mayer, Y.H. Tian, Y. Zhou, H.H. Wang, “Growth behaviour of Cu/Al intermetallic compounds and cracks in copper ball bonds during isothermal aging”, Microelectronics Reliability, 48 (2008) 416-424
- [HANN03]: E.B. Hannech, N. Lamoudi, N. Benslim, B. Malhloufi, “Intermetallic formation in the aluminum-copper system”, Surface Review and Letters, 10(4) (2003) 677-683
- [HAYN03]: J. Haynes, J. Karthikeyan, “Cold spray copper application for upper stage rocket engine design”, in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau, B. Marple, ASM, (2003) 79-83

- [HELF06]: D. Helfrich, V. Champagne, "Optimal particle size for the cold spray process", in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 103-107
- [HERM91]: J. Hermann, "Caractérisation de plasma crée lors de l'interaction laser - cible métallique. Rôle du plasma dans le transfert entre le faisceau laser et le métal", Thèse de doctorat, Université d'Orléans (1991)
- [HOLL87]: E.H. Hollingsworth, H.Y. Hunsicker, "corrosion of aluminum and aluminum alloys", Metals Handbook, ASM, New-York, (1987) 589p.
- [HU06]: L. Hu, J. Wang, "Pure-shear failure of thin films by laser induced shear waves", Experimental Mechanics, 46 (2006) 637-645
- [HUAN06]: R.Z. Huang, B. Sun, N. Ohno, H. Fukanuma, "Study on the influences of DPV-2000 software parameters on the measured results in cold spray", in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 999-1004
- [HUSS09]: T. Hussain, D.G. McCartney, P.H. Shipway, D. Zhang, "Bonding mechanisms in Cold Spraying: the contributions of metallurgical and mechanical components", Journal of Thermal Spray Technology, 18(3) (2009) 364-379
- [ICHI07]: Y. Ichikawa, K. Sakaguchi, K. Ogawa, T. Shoji, S. Barradas, M. Jeandin, M. Boustie, "Deposition mechanism of cold gas dynamic sprayed MCrAlY coatings", in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 54-59
- [IKED06]: R. Ikeda, T. Uchiyama, H. Cho, T. Ogawa, M. Takemoto, "an advanced method for measuring the residual stress of deposited film utilizing laser spallation technique", Science and Technology of Advanced Materials, 7 (2006) 90-96
- [IRIS08]: E. Irissou, J.G. Legoux, C. Moreau, A.N. Ryabini, "How cold is cold spray? An experimental study of the heat transfer to the substrate in cold gas dynamic spraying", in Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 613-619
- [JANG06]: G.Y. Jang, J.G. Duh, H. Takahashi, "Solid-state reaction in an Au wire connection with an Al-Cu pad during aging", Journal of Electronic Materials, 35(2) (2006) 323
- [JAYA01]: C. Jayaram, R. Ravi, R. Chhabra., "Calculation of self-diffusion coefficients in liquid metals based on hard sphere diameters estimated from viscosity data", Chemical Physics Letters, 341 (2001) 179-184
- [JODO01]: B. Jodoin, P. Richer, G. Bérubé, L. Ajdelsztajn, M. Yandouzi, A. Erdi, "Effects of shock waves on impact velocity of cold spray particles", in: Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour; 28-30 mai 2001, 399-407

- [JODO02]: B. Jodoin, "Cold Spray nozzle mach number limitation", Journal of Thermal spray Technology, 11(4) (2002) 496-507
- [JODO05]: B. Jodoin, F. Raletz, M. Vardelle, "Cold spray modeling and validation using an optical diagnostic method", Surface and Coatings Technology 200 (2006) 4424 – 4432
- [JOHN83]: G.R. Johnson, W.H. Cook, "A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures", 7<sup>th</sup> International Symposium on Ballistics, The Hague (The Netherlands), (1983) 541-547
- [JOHN93]: G.R. Johnson, "Material characterization for warhead computations", Progress in Astronautics and Aeronautics, 155 (1993) 165-197
- [KACA03]: R. Kacar, M. Acarer, "Microstructure-property relationship in explosively welded duplex stainless steel-steel", Materials Science and Engineering, A363 (2003) 290-296
- [KAIR06]: T. Kairet, G. Di Stefano, M. Degrez, F. Campana, J.P. Janssen, "Comparison between coatings from two different copper powders: mechanical properties, hardness and bond strength", in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 163-168
- [KANE03]: G.I. Kanel, S.V. Razorenov and V.E. Fortov, "Shock-wave phenomena and the properties of condensed matter" Edition Springer 2003, ISBN 0-387-20572
- [KANG07]: K.C. Kang, S.H. Yoon, Y.G. Li, C. Lee, "Oxidation effects on the critical velocity of pure Al feedstock deposition in Kinetic spraying process", in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 66-71
- [KATA07]: H. Katanoda, M. Fukuhara, N. Lino, "Numerical study of combination parameters for particle impact velocity and temperature in cold spray", in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 72-77
- [KIM00]: M.H. Kim, C.G. Gogos, "The heating/melting mechanism of plastic energy dissipation", Proceedings of the ANTEC, 1 (2000) 139-143
- [KIM03]: H-J. Kim, J.Y. Lee, K-W. Paik, K-W. Koh, J. Won, S. Choe, J. Lee, J-T. Moon, Y-J. Park, "Effects of Cu/Al intermetallic compound (IMC) on copper wire and aluminum pad bondability", IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies, 26(2) (2003) 367-374
- [KIMU97]: H. M. Kimura, K. Sasamori, T. Negishi and A. Inoue, "Formation of nanogranular amorphous phase in rapidly solidified Al-Ti-M (M = V, Fe, Co or Ni) alloys and their mechanical strength", Nanostructured Materials, 8(7) (1997) 833-844
- [KING08]: P.C. King, S.H. Zahiri, M. Jahedi, "Focused ion beam micro-dissection of cold-sprayed particles", Acta Materialia, 56(19) (2008) 5619-5626



- [KLIN08]: S.V. Klinkov, V.F. Kosarev, A.A. Sova, I. Smurov, "Deposition of multicomponent coatings by Cold Spray, Surface and Coatings Technology", 202 (2008) 5858-5862
- [KOBA04]: A. Kobayashi, A. Jain, V. Gupta, "Study of the interface strength of zirconia coatings by a laser spallation technique", Vacuum, 73 (2004) 533-539
- [KOCA01]: M. Kocak, J. dos Santos, S. Riekehr, "Trends in laser beam welding technology and fracture assessment of weld joints", Science and Technology of Welding and Joining, 6(6) (2001) 347-350
- [KREY06]: H. Kreye, T. Schmidt, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, "The cold spray process and its optimization", in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 83-87
- [KROE03]: W. Kroemmer, P. Heinrich, P. Richter, "Cold spraying – equipment and application trends", in: Thermal Spray 2003 : Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau, B. Marple, ASM, (2003) 97-102
- [KURO01]: S. Kuroda, Y. Tashiro, H. Yumoto, S. Taira, H. Fukanuma, S. Tobe, "Peening action and residual stresses in high velocity oxygen fuel thermal spraying of 316L stainless steel", Journal of Thermal Spray technology, 10(2) (2001) 367-374
- [LARJ03]: J. Larjo, E. Hamalainen, N. Kriikka, "In-Flight Particle Imaging in Thermal Spraying With Diode Laser Illumination", in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science and Applying the Technology" (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003) 1113-1116
- [LESC09]: E. Lescoute, T. De Resseguier, J.-M. Chevalier, M. Boustie, J.-P. Cuq-Lelandais, L. Berthe, "Soft recovery technique to investigate dynamic fragmentation of laser shock-loaded metals", Applied Physics Letters, 95 (2009) 211905
- [LEV96]: L.C. Lev, A.S. Argon, "Spallation of thin elastic coatings from elastic substrates by laser induced pressure pulses", Journal of Applied Physics, 80(1) (1996) 529-542
- [LI04]: G.A. Li, L. Zhen, H.T. Li, X. Tan, "Study of deformed microstructures near the impact crater in pure copper target", Materials Science and Engineering A, 384 (2004) 12-18
- [LI05]: C.J. Li, W.Y. Li, Y.Y. Wang, G.J. Wang, H. Fukanuma, "A theoretical model for prediction of deposition efficiency in cold spraying", Thin solid films, 485(1-2) (2005) 79-85
- [LI06]: W.Y. Li, H. Liao, H.T. Wang, C.J. Li, G. Zhang, C. Coddet, "Optimal design of a convergent-barrel cold spray nozzle by numerical method", Applied Surface Science, 253 (2006) 708-713
- [LI06-2]: W.Y. Li, H. Liao, C.J. Li, G. Li, C. Coddet, X. Wang, "On high velocity impact of micro-sized metallic particles in cold spraying", Applied Surface Science, 253 (2006) 2852-2862

- [LI07]: W.Y. Li, H. Liao, C. Coddet, C.J. Li, H.S. Bang, “Modeling on deformation behaviour of Al particles impacting on Al substrate and effect of surface oxide films on interfacial bonding in cold spraying”, in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 248-253
- [LI07-1]: C.J. Li, G.J. Yang, C.X. Li, H.S. Bang, H.S. Bang, W.Y. Li, “Examination of the estimating approaches for the critical velocity in cold spraying”, in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 128-134
- [LI07-2]: W.Y. Li, H. Liao, G. Douchy, C. Coddet, “Optimal design of a cold spray nozzle by numerical analysis of particle velocity and experimental validation with 316L stainless steel powder”, Materials and Design, 28 (2007) 2129-2137
- [LI07-3]: W.Y. Li, C. Zhang, X.P. Guo, L. Dembinski, H. Liao, C. Coddet, “Impact Fusion of Particle Interfaces in Cold Spraying and Its Effect on Coating Microstructure”, in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 60-65
- [LI08]: W.Y. Li, C. Zhang, X.P. Guo, G. Zhang, H.L. Liao, C.J. Li, C. Coddet, “Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying”, Materials and Design, 29 (2008) 297-304
- [LI09]: C.J. Li, H.T. Wang, Q. Zhang, G.J. Yang, W.Y. Li, H.L. Liao, “Influence of spray materials and their surface oxidation on the critical velocity in cold spraying”, in: Thermal spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2009) 342-347
- [LI09-2]: W.A. Li, C.J. Li, H. Liao, “Modeling aspects of high velocity impact of particles in cold spraying by Explicit Finite Element Analysis”, in: Thermal spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2009) 432-441
- [LIAN08]: Y. Liang, X. Bi, J. Wang, “Numerical simulation of laser-induced thin film delamination”, Thin Solid Films, 516 (2008) 971-981
- [LIN94]: C.K. Lin, C.C. Berndt, “Measurement and analysis adhesion strength for thermally sprayed coatings”, Journal of Thermal Spray Technology, 3(1) (1994) 75-104
- [LIND00]: D. Von der Linde, K. Sokolowski-Tinten, “The physical mechanisms of short-pulse laser ablation”, Applied Surface Science, 154-155 (2000) 1-10
- [LÖWE94]: T. Löwer, R. Sigel, K. Eidmann, I.B. Földes, S. Hüller, “Uniform Multimegabar Shock Waves in Solids Driven by Laser-Generated Intense Thermal Radiation”, Physical Review Letters, 72 (1993) 3186.
- [LSHD80]: LASER Shock Hugoniot Data, editions S.P. Marsh, University of California Press (1980)

- [LYAG85]: V.P. Lyagushkin, O.P. Solonenko, “A method to simultaneously measure the velocity and temperature of disperse particles in high temperature flow”, In proceedings of the 7<sup>th</sup> International Conference on Plasma Chemistry, Eindhoven, The Netherlands, Vol.2 (1985) 730-735
- [MACI07]: O. Maciejak, P. Aubert, “Mesure de dureté par nano-indentation”, *Techniques de l'Ingénieur*, NM7200 (2007)
- [MAIL03]: L. Maille, “Elaboration par pulvérisation cathodique réactive RF de multicouches nanométriques, corrélation entre la structure, la microstructure et les propriétés mécaniques”, Thèse de doctorat, Université d'Evry, (2003)
- [MÄKI07]: H. Mäkinen, J. Lagerbom, P. Vuoristo, “Adhesion of cold sprayed coatings: effect of powder, substrate and heat treatment”, in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 31-36
- [MAMA01]: A.G. Mamalis, I.N. Vottea, D.E. Manolacos, “On the modelling of the compaction mechanism of shock compacted powders”, Journal of Materials Processing Technology, 108 (2001) 165-178
- [MART93]: L. Marty, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers (1987)
- [MARU04]: T. Maruyama, T. Kobayashi, “Influence of substrate surface roughness on adhesive property of sprayed coating”, in: Thermal Spray Solutions: Advances in Technology and Application, ITSC 2004, Osaka (Japan), (2004) 6p
- [MASS86]: T.B. Massalski, “Binary alloy phase diagrams”, ASM, (1986)
- [MATW]: [www.matweb.com](http://www.matweb.com)
- [META85]: “Metals handbook”, desk edition, ed. H.E. Boyer, T.L. Gall, ASM, (1985)
- [MISH08]: A. Mishra, M. Martin, N.N. Thadhani, B.K. Kad, E.A. Kenik, M.A. Meyers, “High-strain-rate response of ultra-fine-grained copper”, Acta Materialia, 56 (2008) 2770-2783
- [MORE94]: C. Moreau, P. Gougeon, M. Lamontagne, G. Vaudreuil, P. Cielo, “On-line control of the plasma spraying process by monitoring the temperature, velocity and trajectory of in-flight particles”, Thermal Spray Industrial Applications, Eds., C.C. Berndt, S. Sampath, June 20-24, Boston, ASM International, (1994) 431-437
- [MORE95]: C. Moreau, P. Gougeon, A. Burgess, D. Ross, “Characterization of particle flows in an axial injection plasma torch”, Advances in Thermal spray Science and technology, Eds., C.C. Berndt, S. Sampath, Sept 11-15, Houston, ASM International, (1995) 141-147
- [MORG04]: R. Morgan, P. Fox, J. Pattison, C. Sutcliffe, W. O'Neill, “Analysis of cold gas dynamically sprayed aluminium deposits”, Materials Letters, 58 (2004) 1317– 1320

- [MORK02]: M.F. Morks, Y. Tsunekawa, M. Okumiya et al., "Splat morphology and microstructure of plasma sprayed cast iron with different preheat substrate temperatures", Journal of Thermal Spray Technology, 11 (2002) 226-232
- [MURR85]: J.L. Murray, "The aluminium-copper system", International Metals Reviews, 30 (1985) 211-233
- [OKA03]: Y.I. Oka, K. Nagahashi, "Measurements of plastic strain around indentations caused by the impact of round and angular particles, and the origin of erosion", Wear, 254 (2003) 1267-1275
- [OLIV92]: W.C. Oliver, G.M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", Journal of Materials Research, 7 (1992) 1564-1583
- [OUZI01]: R. Ouziaux, J. Perrier, "Mécaniques des fluides appliquée", Ed. Dunod (2001) 448
- [PAPY02]: A.N. Papyrin, V.F. Kosarev, S.V. Klinkov, A.P. Alkhimov, "On the interaction of high speed particles with a substrate under the cold spraying", International Thermal Spray Conference, E. Lugsheider and CC. berndt Ed., March 4-6 (2002), Essen, Germany, DVS Deutscher Verband für Schweissen, Düsseldorf, Germany (2002) 380-385
- [PAPY06]: A. Papyrin, V. Kosarev, K.V. Klinkov, A. Alkimov, V.M. Fomin, "Cold Spray Technology", A. Papyrin Ed., Elsevier, (2006) 375-382
- [PAPY06-2]: A. Papyrin, V. Kosarev, K.V. Klinkov, A. Alkimov, V.M. Fomin, "Cold Spray Technology", A. Papyrin Ed., Elsevier, (2006) 152-161
- [PATT07]: J. Pattison, S. Celotto, A. Khan, W. O'Neill, "Standoff distance and bow shock phenomena in the cold spray process", Surface and Coatings Technology, 202(8) (2007) 1443-1454
- [PETO95]: C. Petot, M. Ducos, G. Petot-Ervas, "Thermal spray spinel coatings on steel substrates: influence of the substrate composition and temperature", Journal of the European Ceramic Society, 15 (1995) 637-642
- [PHIP88]: C.R. Phipps, T.P. Turner, R.F. Harrison, "Impulse coupling to targets in vacuum by KrF, HF and CO<sub>2</sub> single-pulse lasers", Journal of Applied Science, 64 (1988) 1083-1096
- [PLAN09]: M.P. Planche, "Contrôles et diagnostics en projection thermique: vers une optimisation des procédés et des dépôts", Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches, Université de Technologie Belfort-Montbéliard, 2009
- [POUC93]: J.L. Pouchou, "X-Ray microanalysis of stratified specimens", Analytica Chimica Acta, 283 (1993) 81-97
- [POUC02]: J.L. Pouchou, "X-Ray microanalysis of thin surface films and coatings", Mikrochimica Acta, 138 (2002) 133-152

- [RADA44]: F.J. Radavich, R. Smoluchowski, "Influence of pressure on intermetallic diffusion", American Physical Society, 65.248 (1944) 62A9
- [RAJA80]: K. Rajan, E.R. Wallach, "A transmission electron microscopy study of intermetallic formation in aluminum-copper thin film couples", Journal of Crystal Growth, 49 (1980) 297-302
- [RALE05]: F. Raletz, "Contribution au développement d'un procédé de projection dynamique à froid (P.D.F.) pour la réalisation de dépôts de nickel", Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2005
- [RALE06]: F. Raletz, M. Vardelle, G. Ezo'o, "Critical particle velocity under cold spray conditions", Surface and Coating Technology, 201(5) (2006) 1942-1947
- [RICE58]: M.H. Rice, R.G. McQueen, J.M. Walsh, "Solid state Physics", vol. 6, Ed. F. Seitz et D. Turnbull, New York, (1958) 1-63
- [RICH96]: C.S. Richard, G. Beranger, J. Lu et al., "The influences of heat treatments and interdiffusion on the adhesion of plasma-sprayed NiCrAlY coatings", Surface and Coatings Technology, 82 (1996) 99-109
- [RICK88]: D.S. Rickerby, "A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion", Surface and Coatings Technology, 36 (1988) 541-557
- [ROBO]: J.P. Romain, M. Boustie, "Ondes de choc en milieu condensé", Cours de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers
- [RULE98]: W.K. Rule, S.E. Jones, "A revised form for the Johnson-Cook strength model", International Journal of Impact Engineering, 21(8) (1998) 609-624
- [RYKA76]: N.N. Rykalin, "Plasma engineering in metallurgy and inorganic materials technology", Pure and Applied Chemistry, 48 (1976) 179-194
- [SAKA01]: K. Sakaki, Y. Shimizu, "Improvement in wire arc spray by super sonic cold gas jet", in: Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium, Singapour; 28-30 mai 2001, 441-445
- [SAKA04]: K. Sakaki, T. Tajima, H. Li, S. Shinkai, Y. Shimizu, "Influence of substrate conditions and traverse speed on cold sprayed coatings", in: Thermal Spray 2004: Advances in Technology and Applications, ed. C. Moreau, B. Marple, ASM, Osaka (Japan), (2004) 358-362
- [SAMA07]: B. Samareh, A. Dolatabadi, "A three-dimensional analysis of the cold spray process: effect of substrate location and shape", in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2007) 84-89

- [SAMA08]: B. Samareh, A. Dolatabadi, V. Lüthen, O. Siter, “A combined numerical and experimental analysis of the cold spray process”, in Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 853-858
- [SCHM06]: T. Schmidt, F. Gärtner, H. Kreye, “New developments in cold spray based on higher gas and particle temperatures”, in: Thermal Spray 2006: Science, Innovation, and Application, C. Moreau, B. Marple, ASM, Seattle (USA), (2006) 488-494
- [SEMA97]: V. Semak, A. Matsunawa, “The role of recoil pressure in energy balance during laser materials processing”, Journal of Physics D – Applied Physics, 30 (1997) 2541-2552
- [SHIM08]: J. Shim, E. Hagerman, B. Wu, V. Gupta, “Measurement of the tensile strength of cell-biomaterial interface using the laser spallation technique”, Acta Biomaterialia, 4(6) (2008) 1657-1668
- [SHIN02]: S.Y. Shin, M.W. Ko, D.C. Cho et al., “Microstructure and mechanical properties of Al6061 joints diffusion brazed using Cu interlayer”, Journal of Materials Science Letters, 21 (2002) 903-906
- [SIEG99]: S. Siegmann, C.A. Brown, “Surface texture correlations with tensile adhesive strength of thermally sprayed coatings using area-scale fractal analysis”, in: UTSC 99 (United thermal spray conference & exposition), Dusseldorf, 17-19 march 1999, ed. E. Lugscheider, ASM, (1999) 355-360
- [SILV03]: E. Silveri, E. Chassaing, S.B. Goryachev, “Problèmes de mesure d’adhérence de revêtement métallique sur substrat métallique”, Journal de Physique IV, 106 (2003) 131-140
- [SIM05]: K-S. Sim, Y-S. Lee, “A bonding map for Cu and Al plates by pressure welding at cold and warm temperatures”, Materials Science, 475-479 (2005) 2667-2670
- [SMIT92]: Smithells metals reference book, ed. E.A. Brandes, G.B. Brook, Butterworth, (1992)
- [SMIT92]: Smithells metals reference book, ed. E.A. Brandes, G.B. Brook, Butterworth, (1992)
- [SOMA94]: T. Soma, M. Ishizuka, H-M. Kagaya, “Solid solubility of Cu in Al under pressure and elastic moduli”, Physica Status Solidi (b), 186 (1994) 95-100
- [STAN74]: W.E. Stanton, “The mechanical properties of sprayed metals for engineering”, 7<sup>th</sup> International Metal Spraying Conference, The Welding Institute, Cambridge, U.K., (1974) 157-164, 312-314
- [STEE04]: T. van Steenkist and J.R. Smith, “Evaluation of Coating Produced via Kinetic and Cold Spray Process”, Journal of Thermal Spray Technology, 13 (2004) 274-282
- [STOL02]: T. Stoltenhoff, H. Kreye and H.J. Richter, “An analysis of the Cold Spray Process and its coatings”, Journal of Thermal Spray Technology, 11 (2002) 542-550

- [STOL02-2]: T. Stoltenhoff, J. Voyer, H. Kreye, “Cold spraying state of the art and applicability”, International Thermal Spray Conference, E. Lugsheider and CC. berndt Ed., March 4-6 (2002), Essen, Germany, DVS Deutscher Verband für Schweißen, Düsseldorf, Germany (2002) 366-374
- [SUHA74]: T. Suhara, K. Kitajima, S. Fukada, “Coatings by wire explosion spraying – Properties and Applications”, 7<sup>th</sup> International Metal Spraying Conference, The Welding Institute, Cambridge, U.K., (1974) 179-184
- [TAKA54]: N. Takahashi, J-J. Trillat, “Evolution des alliages aluminium-cuivre par chauffage dans le vide”, Acta Metallurgica, 2 (1954) 409-415
- [TAMO92]: Y. Tamou, J. Li, S.W. Russell, J.W. Mayer, “Thermal and ion beam induced thin film reactions in Cu-Al bilayers”, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 49 (1992) 130-133
- [TAMU01]: H. Tamura, T Kohama, K. Kondo, M. Yoshida, “Femtosecond-laser-induced spallation in aluminum”, Journal of Applied Physics, 89(6) (2001) 3520-3522
- [THIO03]: A. Thionnet, C. Martin, “Mécanique et comportements des milieux continus”, Ellipses, 1 (2003) 167-277
- [THOM82]: T.R. Thomas,” Rough surfaces”, Longman (1982)
- THOM93]: T. Thomas, “Contribution à la compréhension des phénomènes physiques et métallurgiques intervenant durant la consolidation dynamique de poudre”, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris (1992)
- [THOU97]: J. Thouvenin, “Détonique”, ISBN 2727201818, Editions Eyrolles (1997)
- [TOLL98]: L. Tollier, R. Fabro, E. Bartnicki, “Study of the laser-driven spallation process by the velocity interferometer system for any reflector interferometry technique”, Journal of Applied Science, 83(3) (1998) 1224-1230
- [TOMO94]: T. Takahashi, T. Yamane, T. Yamamoto, H. Araki, Y. Minamino, Y. Miyamoto, “Effect of high pressure on interdiffusion in Al-Cu-Zn alloys”, Z. Metallkd, 85 (1994) 492-497
- [TRIA08]: K.I. Triantou, Ch.I. sarafoglou, D.I. Pantelis, D.K. Christoulis, V. Guipont, M. Jeandin, “A microstructural study of cold sprayed Cu coatings on 2017 Al alloy”, in Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 41-45
- [VAN02]: T.H. Van Steekiste, J.R. Smith, R.E. Teets, “Aluminum coatings via kinetic spray with relatively large powder particles”, Surface and Coatings Technology, 154 (2002) 237-252

- [VAT 01]: J. Vattulainen, E. Hämäläinen, R. Hernberg, P. Vuoristo and T. Mäntylä, “Novel method for in-flight particle temperature and velocity measurements in plasma spraying using a single CCD camera”, Journal of Thermal Spray Technology 10(1) (2001) 94-110
- [VERD03]: M. Verdier, S. Costil, C. Coddet et al., “On the topographic and energetic surface modifications induced by laser treatment of metallic substrates before plasma spraying”, Applied Surface Science, 205 (2003) 3-21
- [VOLI02]: A.A. Volinski, N.R. Moody, W.W. Gerberich, “Problèmes de mesure d’adhérence de revêtement métallique sur substrat métallique”, Acta Materialia, 50 (2002) 441-466
- [VOSS78]: J.L. Vossen, “Measurement of Film-Substrate Bond Strength by Laser Spallation, Adhesion Measurement of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings”, ASTM STP 640, K.L Mittal, Ed., American Society for Testing and Materials, (1978) 122-133
- [WANG02]: J. Wang, R.L. Weaver, N.R. Sottos, “A parametric study of laser induced thin film spallation”, Experimental mechanics, 42(1) (2002) 74-82
- [WANG04]: L. Wang, X. Bian, J. Liu, “Discontinuous structural phase transition of liquid metals and alloys”, Physics Letters A, 326 (2004) 429-435
- [WEIS95]: H. Weiss, “Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment”, Surface and Coating Technology, 71 (1995) 201-207
- [WONG09]: W. Wong, A. Rezaeian, S. Yue, “Effects of gas temperature, gas pressure and particle characteristics on cold sprayed pure titanium coatings”, in: Thermal spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Ohio (USA), (2009) 231-236
- [XION05]: T. Xiong, Z. Bao, T. Li, Z. Li, “Study on cold sprayed copper coating’s properties and optimizing parameters for the spraying process”, in: Thermal Spray 2005: Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential! ed. Lugscheider, ASM International / DVS Düsseldorf (Germany), Basel (Switzerland), (2005) 178-185
- [YAJI06]: Li Yajiang, Wang Juan, Xia Chunzhi, “Interface microstructure and diffusion mechanism”, International Journal for the Joining of Materials, 18(3/4) (2006) 94-98
- [ZAH108]: S.H. Zahiri, M. Jahedi, W. Yang, “Particle image velocimetry of cold spray CP titanium”, in Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 620-624
- [ZECC03]: M. Zecchino, “Why average roughness is not enough”, Advanced Materials & Processes, (March 2003) 25-28
- [ZELD66]: Y.B. Zel’dovich, Y.P. Raizer, “Physics of shock waves and high-temperature hydrodynamic phenomena”, vol. 1, Ed. F. Steiz et D. Turnbull, New York, (1966) 1-96



[ZHOU03]: M. Zhou, Y.K. Zhang, L. Cai, Z.H. Shen, S.Y. Zhang, “Optical interferometry diagnostics in laser-induced spallation on film-substrate systems”, Surface and Coatings Technology, 165(2) (2003) 146-153

[ZIMM08]: S. Zimmermann, G. Forster, K. Landes, J. Schein, “PSI: An innovative method to determine and to classify particles during the thermal spray process”, in: Thermal Spray 2008: Thermal Spray Crossing Borders, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li, R.S. Lima, G. Montavon, ASM, Maastricht (The Netherlands), (2008) 1311-1314

---

*Publications*

---



## Liste des publications

1. S. GUETTA, M.H. BERGER, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, Y. ICHIKAWA, K. OGAWA, "Influence of particle velocity on adhesion of cold sprayed splats", Accepted for oral presentation at ITSC2008, 2-4 June 2008, Maastricht, The Netherlands, in Thermal Spray 2008: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, E. Lugscheider et al. eds., DVS, Düsseldorf, Germany, (2008) 738-743
2. CHRISTOULIS, S. GUETTA, G. ROLLAND, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, "Projection dynamique par gaz froid" (Part 1), Galvano-Organo, n°778 (2008) 61-63
3. CHRISTOULIS, S. GUETTA, G. ROLLAND, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, "Projection dynamique par gaz froid" (Part 2), Galvano-Organo, n°779 (2008) 65-67
4. L. BERTHE, M. BOUSTIE, M. JEANDIN, S. BARRADAS, S. GUETTA, P. COMBIS, "Coating Deposition Using Laser Induced Spallation", Submitted for publication in Journal of Physics D: Applied Physics and Presented at The International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics 2008 (ICALEO® 2008) October 20 – 23, (2008), Pechanga Resort, Temecula, CA, USA
5. D.K. CHRISTOULIS, S. GUETTA, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, "Influence of the substrate on the deposition of cold sprayed titanium: an experimental and numerical study", Submitted for publication in Surface and Coatings Technology, (2008)
6. D.K. CHRISTOULIS, S. GUETTA, V. GUIPONT, M.H. BERGER, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, S. COSTIL, Y. ICHIKAWA, K. OGAWA, E. IRISSOU, J.G. LEGOUX, C. MOREAU, "Cold Spraying Combined to Laser Surface Pre-treated using PROTAL®", Accepted for oral presentation at ITSC2009 , 4-7 May 2009, Las Vegas, U.S.A., in Thermal Spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ISBN-13 978-1-61503-004-0, B.R. Marple et al. eds., ASM-Int., Materials Park, OH, U.S.A. (2009)
7. Y. ICHIKAWA, K. OGAWA, I. NONAKA, S. GUETTA, M. JEANDIN, "Influence of substrate surface oxidation on the cold spray deposition behaviour", Accepted for oral presentation at ITSC2009, 4-7 May 2009, Las Vegas, U.S.A., in Thermal Spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, ISBN-13 978-1-61503-004-0, B.R. Marple et al. eds., ASM-Int., Materials Park, OH, U.S.A. (2009)
8. S. GUETTA, M.H. BERGER, F. BORIT, V. GUIPONT, M. JEANDIN, M. BOUSTIE, K. OGAWA, Y. ICHIKAWA and K. SAKAGUCHI, "Influence of particle velocity on adhesion of cold-sprayed splats", Journal of Thermal Spray Technology, 18(3) (2009) 364-379
9. M. JEANDIN, D. CHRISTOULIS, M.H. BERGER, S. GUETTA, G. ROLLAND, V. GUIPONT, E. IRISSOU, J.G. LEGOUX, C. MOREAU, M. NIVARD, L. BERTHE, M. BOUSTIE, W. LUDWIG, K. SAKAGUCHI, Y. ICHIKAWA, K. OGAWA and S. COSTIL, "Lasers and Thermal Spray", Materials Forum, (2010), In press
10. D.K. CHRISTOULIS, S. GUETTA, E. IRISSOU, V. GUIPONT, M.H. BERGER, M. JEANDIN, J.G. LEGOUX, C. MOREAU, Y. ICHIKAWA, K. OGAWA, S. COSTIL, M. BOUSTIE, "Cold-Spraying Coupled to Nano-Pulsed Nd-YaG Laser Surface Pretreatment", Submitted to Journal of Thermal Spray Technology (2010)











## RESUME

Lors de la projection dynamique par gaz froid, nommée « cold spray », les particules sont accélérées aérodynamiquement et maintenues à l'état solide jusqu'au moment de l'impact sur le substrat. L'empilement de ces particules constitue le revêtement dont l'adhérence représente un paramètre déterminant quant à la qualité des pièces industrielles.

L'enjeu de cette étude est la compréhension et la quantification de l'adhérence interfaciale par l'analyse de la phase d'accrochage des premières particules dispersées à la surface du substrat, nommées « splats », en fonction des conditions d'impact. Vitesse d'impact, température de préchauffage et oxydation des surfaces mises en contact ont, en effet, une influence directe sur les phénomènes survenant à l'interface particule-substrat donc sur l'adhérence.

Cette étude propose une méthode permettant de relier les conditions de projection aux conditions d'impact, aux mécanismes survenant entre la particule et le substrat durant l'impact et, enfin, au niveau d'adhérence des particules correspondantes. Pour cela, les conditions d'impact ont été déterminées par l'utilisation conjointe de techniques expérimentales et de modélisations numériques. Les températures locales et les pressions de contact alors induites à l'interface durant l'impact ont été calculées par simulation numérique. Des observations et analyses fines par transmission ont été réalisées afin d'étudier les phénomènes survenant le long de l'interface, en fonction des conditions d'impact. Enfin, les niveaux d'adhérence correspondants ont été obtenus par le développement d'une extension originale de l'essai LASAT (LAsER Shock Adhesion Test). Les phénomènes responsables de l'adhésion ont ainsi pu être mis en évidence et leur influence quantifiée.

## MOTS-CLES

Cold spray, Splat, Adhérence, Adhésion, LASAT, Choc laser, Ecaillage par choc laser, Vitesse d'impact, Cu/Al, Intermétalliques

## ABSTRACT

In cold spray, innovative coating process, powder particles are accelerated by a supersonic gas flow above a certain critical velocity and kept in a solid state until impact. Coating results from the pile up of particles and its quality depends on particles adhesion.

In this work, adhesion of the first particles impacted onto the substrate, namely splats, was studied as a function of their impact conditions. Indeed, particles adhesion onto the substrate is influenced by oxidation, particle impact velocity and temperature, which can change dramatically depending on spraying conditions.

For this purpose, a method was developed to correlate spraying conditions to impact conditions using experimental sets up and numerical simulation. High pressure and temperature therefore induced at the interface during impact were calculated from numerical simulation. Transmission Electron Microscope analyses of thin foils were carried out to investigate into resulting local interface phenomena. These were correlated to particle impact conditions and corresponding adhesion strength which was obtained from LAsER Shock Adhesion Test (LASAT).

## KEYWORDS

Cold spray, Splat, Adhesion, LASAT, Laser shock, Impact velocity, Cu/Al, Intermetallic